

Friedrich-Schiller-Universität Jena  
Physikalisch-Astronomische Fakultät  
Institut für Festkörperphysik  
AG Tieftemperaturphysik



Bachelorarbeit zur Erlangung des akademischen Grades  
Bachelor of Science  
(B. Sc.)

Untersuchung des mechanischen Verlustes  
amorpher Tantalpentoxid-Schichten

Eingereicht von Bastian Walter  
geboren am 17. November 1990 in Lauf a.d. Pegnitz

1. Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Paul Seidel
2. Gutachter: Dr. rer. nat. Ronny Nawrodt

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen</b>	<b>2</b>
2.1	Mechanische Güte . . . . .	2
2.1.1	Definition der mechanischen Güte . . . . .	2
2.1.2	Bestimmung der mechanischen Güte . . . . .	2
2.1.3	Zusammenhang zwischen Verlust und Güte . . . . .	3
2.2	Schwingungen von Cantilevern . . . . .	3
2.2.1	Biegeschwingungen . . . . .	4
2.2.2	Torsionsschwingungen . . . . .	5
2.3	Dissipationsmechanismen . . . . .	5
2.3.1	Thermoelastische Dämpfung . . . . .	5
2.3.2	Defektinduzierte Verluste . . . . .	6
2.3.3	Oberflächenverluste . . . . .	7
2.4	Verluste in Substrat und Schicht . . . . .	7
<b>3</b>	<b>Experimentelle Technik</b>	<b>9</b>
3.1	Probenwahl . . . . .	9
3.2	Kryostat . . . . .	9
3.3	Anregen und Auslesen der Cantilever-Schwingung . . . . .	10
3.4	Exemplarischer Messvorgang . . . . .	11
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>13</b>
4.1	Charakterisierung und Berechnung einer effektiven Cantilever-Dicke . . . . .	13
4.2	Mechanischer Verlust tantalpentoxid-beschichteter Silizium-Cantilever . . . . .	14
4.2.1	Untersuchung bezüglich einer repräsentativen Biegemode . . . . .	14
4.2.2	Untersuchungen zu verschiedenen Moden desselben Cantilevers . . . . .	16
4.2.3	Übersicht zu charakteristischen Verlustwerten der vermessenen Cantilever . . . . .	20
4.3	Mechanischer Verlust nach Ionenimplantation . . . . .	21
4.3.1	Verlust nach thermischer Nachbehandlung . . . . .	22
4.3.2	Aktivierungsenergie des Verlustpeaks . . . . .	24
4.4	Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht . . . . .	25
4.5	Untersuchung der Streuung des mechanischen Verlustes . . . . .	28
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>31</b>
	<b>Literatur</b>	<b>32</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>33</b>
	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>33</b>

# 1 Einleitung

Ein wichtiges Ziel moderner, hochpräziser physikalischer Untersuchungen im Rahmen der Astronomie und Astrophysik ist es, die von Einstein 1916 [1] vorausgesagten Gravitationswellen direkt zu detektieren. Die dazu angewandte Messanordnung besteht prinzipiell aus einem Michelson-Interferometer [2], welches eine sehr hohe Empfindlichkeit aufweisen muss. Da der direkte Nachweis der Gravitationswellen noch immer aussteht, ist es notwendig ebendiese Empfindlichkeit noch weiter zu steigern, was momentan beispielsweise noch durch Verlängerung der Interferometer-Arme bewerkstelligt werden kann. Klar ist allerdings, dass dies an bauliche und technische Grenzen stoßen wird, da die Arme nicht beliebig verlängert werden können.

Abgesehen davon besteht die Möglichkeit das hinderliche thermische Rauschen der optischen Komponenten, welches die Empfindlichkeit wesentlich einschränkt, zu vermindern, indem bei kryogenen Temperaturen gearbeitet wird. Den größten Rauschbeitrag der Endspiegel, welche die Hauptwechselwirkung mit dem Abtastlaser eingehen, stellt dabei der mechanische Verlust der verarbeiteten dielektrischen Schichten dar. Somit gilt es für die zukünftigen Messungen Schichtmaterialien zu finden, welche in kryogenen Temperaturbereichen einen geringen mechanischen Verlust und dadurch auch ein geringes thermisches Rauschen aufweisen.

In der Arbeitsgruppe des Sonderforschungsbereiches TR7 Gravitationswellenastronomie am Institut für Festkörperphysik der Friedrich-Schiller-Universität Jena werden ebensolche Schichtmaterialien untersucht. Im Rahmen dieser Arbeitsgruppe soll in dieser Arbeit deshalb nun der mechanische Verlust von amorphen Tantalpentoxid-Schichten auf Siliziumsubstraten in Temperaturbereichen von  $T \approx 7 - 300$  K untersucht werden. Weiterhin soll eine Untersuchung bezüglich der Ionenimplantation in die Tantalpentoxid-Schicht erfolgen. Hierbei ist besonders die Frage von Interesse, inwieweit es möglich ist, die mechanischen Verluste durch mikroskopische Beeinflussung gezielt zu verringern und welchen Einfluss eine thermische Nachbehandlung auf den Verlust hat.

In Kapitel 2 erfolgt zunächst eine Charakterisierung der mechanischen Güte und einige Ausführungen dazu, wie die mechanische Güte experimentell zugänglich gemacht werden kann. Nach der Darstellung des Zusammenhangs von Güte und Verlust wird ein allgemeiner und theoretischer Überblick über Cantilever-Schwingungen gegeben. Dem folgt eine Erläuterung der im Experiment relevanten Verlustmechanismen. Kapitel 3 umfasst dann Darstellungen zur Auswahl und Geometrie der Proben, zum verwendeten Kryostaten und dessen Aufbau, sowie eine kurze Erklärung von Anregung und Auslesen der Schwingungen. Im Kapitel 4 werden die Ergebnisse der Arbeit schließlich dargestellt, insbesondere die Bestimmung effektiver Cantilever-Dicken, die Charakterisierung des Verlustverlaufes einer repräsentativen Biegemode, die Änderung des Verlustes durch Ionenimplantation bzw. nachträgliche thermische Behandlung sowie eine Untersuchung zur Streuung der Messwerte.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Mechanische Güte

#### 2.1.1 Definition der mechanischen Güte

Die mechanische Güte  $Q$  eines schwingenden Systems ist ein Maß für die Dämpfung und infolgedessen auch für die Verluste an Energie während der Schwingung. Eine mathematische Definition der Güte ist über ebendiese Energieverluste möglich [3]:

$$Q = 2\pi \frac{E}{\Delta E}. \quad (1)$$

Dabei stellt  $E$  die Energie des schwingenden Systems und  $\Delta E$  die pro Schwingungsperiode dissipierte Energie dar.

Da die Energie im Experiment einer direkten Messung unzugänglich ist, muss eine Möglichkeit gefunden werden, die Güte mit direkt messbaren Größen in Verbindung zu bringen.

#### 2.1.2 Bestimmung der mechanischen Güte

Bei den für diese Arbeit durchgeführten Untersuchungen erfolgt der experimentelle Zugang über das Verhalten der Schwingungsamplitude. Dabei werden zwei verschiedene Auswertemethoden angewandt, wobei die Anwendung von der Abklingzeit  $\tau$  der jeweiligen Schwingung abhängt. Die Abklingzeit bezeichnet dabei die Zeit, nach der die Amplitude der Schwingung auf das  $\frac{1}{e}$ -fache ihres anfänglichen Wertes abgefallen ist.

Sofern die Abklingzeiten der Schwingungen so klein werden, dass diese technisch nicht mehr verlässlich messbar sind, wird eine spektrale Auswertemethode angewandt. Dabei werden sowohl die Resonanzfrequenz  $f_0$  als auch die 3 dB-Bandbreite<sup>1</sup>  $\Delta f$  bestimmt und die Güte ergibt sich dann nach den Ausführungen von Schwarz [4] zu

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}. \quad (2)$$

Sind die Abklingzeiten hingegen hinreichend groß, so kann die Güte durch Messung der Abklingzeit und der Resonanzfrequenz ermittelt werden. Dazu geht man von einem harmonischen Oszillator mit viskoser Dämpfung aus, dessen Bewegungsgleichung folgender Gestalt ist [5]:

$$m\ddot{x} + \beta\dot{x} + kx = 0, \quad (3)$$

( $m$ ..Masse des Oszillators;  $\beta$ ..Dämpfungskonstante;  $k$ ..Federkonstante).

Die Gl. (3) lässt sich allgemein lösen [5] und es ergibt sich unter ausschließlicher Beachtung des Realteils, mit einem Phasenwinkel von  $\Phi = 0$  und unter Verwendung der Substitutionen  $\omega_0^2 = \frac{k}{m}$  und  $\tau = \frac{2m}{\beta}$  zu

$$x(t) = x_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \cos(\omega t). \quad (4)$$

Schreibt man nun die Gesamtenergie  $E$  des schwingenden Systems als Summe aus kinetischer Energie  $E_{kin}$  und potenzieller Energie  $E_{pot}$ , so erhält man

<sup>1</sup>Die 3 dB-Bandbreite ist der Frequenzbereich, in dem die Amplitude auf das etwa  $\frac{1}{\sqrt{2}}$ -fache ihres Anfangswertes abgefallen ist.

$$E = E_{kin} + E_{pot} = \frac{m}{2}\dot{x}^2 + \frac{k}{2}x^2. \quad (5)$$

Setzt man in Gl. (5) dann Gl. (4) ein, so erhält man unter der Annahme schwacher Dämpfung und nach einigen Umformungen die endgültige Bestimmungsgleichung für die Güte aus Gl. (1) [6]:

$$Q = \pi\tau f_0. \quad (6)$$

Somit ist die mechanische Güte aus der Resonanzfrequenz und der Abklingzeit ermittelbar.

### 2.1.3 Zusammenhang zwischen Verlust und Güte

Betrachtet man anstatt der bisherigen viskosen Dämpfung einen strukturedämpften Oszillator, so muss der Reibungsterm  $\beta\dot{x}$  ersetzt werden durch eine komplexe Federkonstante  $k(1 + i\phi)$ . In diesem Fall beschreibt der sogenannte Verlustwinkel  $\phi$  die Dämpfung des Systems. Diese erfolgt dabei so, dass Spannung und Dehnung ungleichphasig auftreten, wodurch Energie dissipiert wird. Vergleicht man beide Bewegungsgleichungen, so muss gelten [6]:

$$\frac{\beta}{m} = \frac{\omega_0^2}{\omega}\phi. \quad (7)$$

Unter Verwendung dieses Zusammenhangs und mithilfe von Gl. (6) gilt dann an der Resonanzstelle  $\omega = \omega_0$ :

$$Q = \frac{1}{\phi}. \quad (8)$$

Aufgrund der Annahmen zur Bestimmung von Gl. (6) gilt dies nur für hinreichend große Güten  $Q \gg 1$ .

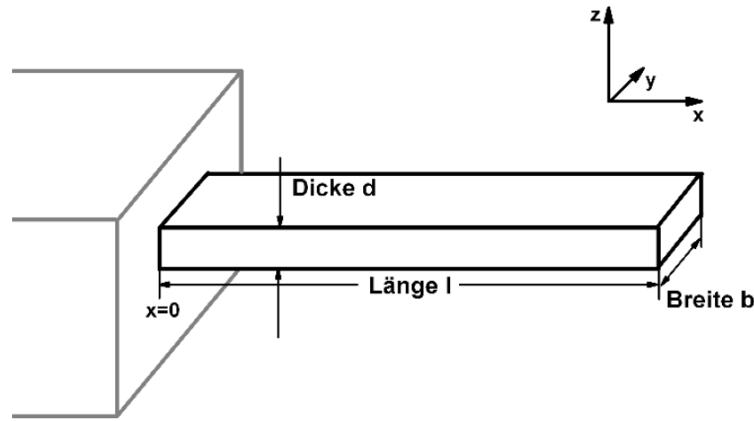
## 2.2 Schwingungen von Cantilevern

Wenn ein dünnes, rechteckiges Plättchen einseitig eingespannt wird (Abb. 1), so kann dieses Biegeschwingungen<sup>2</sup> oder Torsionsschwingungen<sup>3</sup> ausführen. Um den Aufwand beim Auffinden dieser Eigenschwingungen der jeweiligen Cantilever zu verringern, ist es sinnvoll sich mit theoretischen Ausführungen zu Cantilever-Schwingungen zu beschäftigen. Dadurch ist es dann möglich, die Eigenschwingungen im Voraus einem Frequenzbereich zuzuordnen, wodurch diese leichter aufzufinden sind.

---

<sup>2</sup>Schwingungen translatorischer Natur

<sup>3</sup>Schwingungen rotatorischer Natur



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung eines einseitig eingespannten Cantilevers [7].

### 2.2.1 Biegeschwingungen

Für die theoretische Beschreibung von Biegeschwingungen betrachtet man einen einseitig eingespannten, rechteckigen Balken der Länge  $l$ , der Breite  $b$  und der Dicke  $d$ . Mit dem Flächenträgheitsmoment  $I$ , der Massendichte  $\rho$  und dem Elastizitätsmodul  $Y$  lässt sich die Bewegungsgleichung dann aufschreiben als [8]:

$$\frac{\partial^4 z}{\partial x^4} + \frac{\rho b d}{Y I} \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = 0. \quad (9)$$

Für einen Cantilever, also einen Stab rechteckigen Querschnitts, ergibt sich daraus mit  $I = \frac{b d^3}{12}$ :

$$\frac{\partial^4 z}{\partial x^4} + \frac{12 \rho}{Y d^2} \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = 0. \quad (10)$$

Durch einen Separationsansatz der Form

$$z_n(x, t) = g_n(x) \cdot e^{-i \omega_n t}, \quad (11)$$

mit der Kreisfrequenz  $\omega_n$  und der Ordnung  $n$  der Schwingung, lässt sich zunächst eine rein ortsabhängige Differentialgleichung für  $g_n(x)$  finden, welche bei den hier gültigen physikalischen Randbedingungen<sup>4</sup> und einigen Umformungen schließlich auf Biegefrequenzen  $f_{Biege}^{(n)}$  der folgenden Form führt [7]:

$$f_{Biege}^{(n)} = \frac{1}{2\pi} \frac{\alpha_n^2 d}{\sqrt{12} l^2} \sqrt{\frac{Y}{\rho}}. \quad (12)$$

Die  $\alpha_n$  sind dabei über folgende Gleichung charakterisiert und können numerisch berechnet werden:

$$\cosh(\alpha_n) \cos(\alpha_n) = -1. \quad (13)$$

Es hat sich im Rahmen der hier durchgeführten Experimente gezeigt, dass die nach Gl. (12) ermittelten Biegefrequenzen mit den tatsächlich aufgefundenen Moden nur schlecht übereinstimmen. Das liegt hauptsächlich daran, dass die Dicke der Cantilever über den

<sup>4</sup>Einseitige Einspannung bei  $x=0$ ; keine Scherkräfte am Cantilever-Ende

Längenverlauf nach Kroker [7] nicht konstant und somit ein Wert nur sehr ungenau anzugeben ist. Umgekehrt ist es allerdings möglich aus höheren, im Experiment gemessenen Biegemoden eine effektive Cantilever-Dicke zu berechnen. Um trotzdem ausreichend zuverlässig Frequenzbereiche der einzelnen Moden abschätzen zu können, wurde folgende Methode angewandt:

Setzt man gemäß Gl. (12) zwei verschiedene Biegemoden ins Verhältnis, so erhält man

$$\frac{f_{Biege}^{(n)}}{f_{Biege}^{(m)}} = \frac{\alpha_n^2}{\alpha_m^2}. \quad (14)$$

Durch Kenntnis einer beliebigen Schwingungsfrequenz ist es mittels der  $\alpha_n$  also möglich eine weitere Schwingungsmode voraus- aber auch zurückzuberechnen. Im Experiment gestaltete sich dies dann so, dass zunächst eine Eigenschwingung von niedriger Ordnung<sup>5</sup> gesucht und dann die nächste vorausberechnet wurde. Diese vorausberechnete Mode lag dann mit guter Genauigkeit an der vorhergesagten Stelle.

### 2.2.2 Torsionsschwingungen

Wie eingangs bereits angesprochen, können bei Cantilevern neben Biege- auch Torsionsschwingungen auftreten. Die zugehörigen Frequenzen lassen sich theoretisch durch folgende Formel annähern [9]:

$$f_{Torsion}^{(n)} \cong \frac{nd}{2bl} \sqrt{\frac{G}{\rho}}, \quad (15)$$

wobei  $G$  das Schermodul des Cantilever-Materials und  $n$  eine ungerade, natürliche Zahl bedeuten.

Damit diese Gleichung Anwendung finden kann, muss die Annahme  $d^2 \ll b^2$  gelten, d.h. die Breite des Cantilevers muss wesentlich größer als seine Dicke sein.

Um Energieübertragungen von Torsions- in Biegeschwingungen oder umgekehrt zu vermeiden<sup>6</sup>, sollte die Geometrie der Cantilever so gewählt werden, dass die Frequenzen beider Schwingungsarten möglichst weit auseinander liegen.

## 2.3 Dissipationsmechanismen

Allgemein erfolgt die Dämpfung im Festkörper durch mehrere Verlustmechanismen. Durch die im Experiment eingestellten Bedingungen<sup>7</sup> können einige dieser Mechanismen allerdings allgemein oder für bestimmte Temperaturbereiche vernachlässigt werden. Nachfolgend sind somit nur die relevanten Dämpfungsmechanismen beschrieben.

### 2.3.1 Thermoelastische Dämpfung

Werden bei einem Cantilever durch die Schwingungen Bereiche gestaucht bzw. gedehnt, so erfolgt eine Erwärmung der gestauchten und eine Abkühlung der gedehnten Bereiche, was schematisch in Abb. 2 dargestellt ist. Durch diese Temperaturdifferenz einzelner

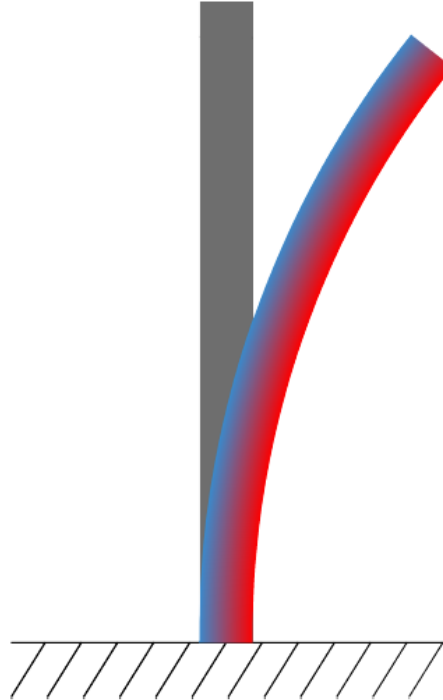
<sup>5</sup>zumeist die Biegeschwingung zweiter Ordnung

<sup>6</sup>Ansonsten würden die Gütemessungen verfälscht.

<sup>7</sup>beispielsweise der Druck oder die jeweiligen Temperaturbereiche



Cantilever-Gebiete entsteht ein Wärmestrom. Durch diesen irreversiblen Prozess wird Energie dissipiert und die Schwingung folglich abgedämpft.



**Abbildung 2:** Veranschaulichung der Ursache der thermoelastischen Dämpfung. Der graue Balken befindet sich im thermodynamischen Gleichgewicht, während die Stauchung bzw. Dehnung beim Schwingen zur Erwärmung bzw. Abkühlung der jeweiligen Bereiche führt, woraus ein Wärmestrom und somit eine Energiedissipation resultiert.

Nach Zener [10] kann der Verlust bei diesem Prozess folgendermaßen beschrieben werden:

$$\phi = \frac{Y\alpha^2 T}{\rho C} \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad (16)$$

mit dem linearen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$ , der Temperatur  $T$ , der Wärmekapazität  $C$ , der Kreisfrequenz  $\omega$ , der Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  und der Relaxationszeit  $\tau$ , für die gilt:

$$\tau = \frac{\rho C b^2}{\pi^2 \kappa}. \quad (17)$$

### 2.3.2 Defektinduzierte Verluste

Betrachtet man einen realen Festkörper, so müssen Gitterdefekte wie beispielsweise Leerstellen, Versetzungen, Fremdatome, etc. beachtet werden. Innerhalb des Gitters kann es dabei zu Bewegungen dieser Defekte kommen, falls eine bestimmte Aktivierungsenergie  $E_a$  aufgebracht wird. Vereinfachend ist dies zu beschreiben als energetisches Zwei-Niveau-System [4], bei dem durch die Schwingung des Cantilevers je ein Niveau bevorzugt ist. Ein Tunneln zwischen beiden Niveaus ist dann bei bereits erwähnter Aktivierungsenergie wahrscheinlich. Bei diesem Prozess ist ein Abfall der Güte über einen Temperaturbereich von mehreren 10 K zu beobachten [4].

Der Übergang zwischen den beiden Niveaus gehorcht dabei meist dem Arrhenius-Gesetz [11]:

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\frac{E_a}{k_B T}}. \quad (18)$$

Dabei bedeuten  $\tau$  die Relaxationszeit,  $k_B$  die Boltzmann-Konstante und  $T$  die Temperatur.

### 2.3.3 Oberflächenverluste

Nach [12] stellen Oberflächenverluste<sup>8</sup> wohl den Hauptverlust in unteren Temperaturbereichen dar, d.h. der Oberflächenverlust ist für die minimal erreichbaren Verluste des Substrates in diesen Bereichen verantwortlich. Ursachen für diese Art des Verlustes sind wahrscheinlich offene chemische Bindungen, Adsorbate an der Substratoberfläche, Mikrorisse und die Oberflächenrauheit.

## 2.4 Verluste in Substrat und Schicht

Betrachtet man einen Cantilever, welcher aus Substrat und einer dünnen Schicht eines anderen Materials besteht, so setzt sich die insgesamt dissipierte Energie  $\Delta E$  aus der des Substrates  $\Delta E_s$  und der der Schicht  $\Delta E_f$  zusammen:

$$\Delta E = \Delta E_s + \Delta E_f. \quad (19)$$

Mithilfe der Gütedefinition aus Gl. (1) und des Zusammenhangs zwischen Güte und Verlust nach Gl. (8) erhält man damit

$$\phi_{gesamt} = \frac{\Delta E_f + \Delta E_s}{2\pi E}. \quad (20)$$

Definiert man analog zum Gesamtverlust die Einzelverluste von Substrat und Schicht folgendermaßen:

$$\phi_s = \frac{\Delta E_s}{2\pi E_s}, \quad \phi_f = \frac{\Delta E_f}{2\pi E_f}, \quad (21)$$

so kann der Gesamtverlust umgeschrieben werden zu

$$\phi_{gesamt} = \frac{\phi_s E_s + \phi_f E_f}{E}. \quad (22)$$

Wenn das Substrat wesentlich dicker ist als die Schicht und somit wesentlich mehr Energie im Substrat als in der Schicht deponiert ist, so kann die Näherung  $\frac{E_s}{E} \approx 1$  vorgenommen werden. Dadurch erhält man schließlich die folgende Formel für den Gesamtverlust:

$$\phi_{gesamt} = \phi_s + \frac{E_f}{E_s} \phi_f. \quad (23)$$

Nach den Ausführungen von [6] gilt die Relation

$$\frac{E_f}{E_s} = 3 \frac{Y_f a}{Y_s d}, \quad (24)$$

---

<sup>8</sup>Verluste in oberflächennahen Schichten des Substrates

wobei  $Y_i$  die jeweiligen Elastizitätsmoduln und  $a$  die Dicke der dünnen Schicht repräsentieren. Mithilfe dieses Zusammenhangs und Gl. (23) ergibt sich nun der Schichtverlust durch Subtraktion der Messergebnisse von unbeschichtetem und beschichtetem Cantilever:

$$\phi_{Schicht} = \frac{1}{3} \frac{Y_s}{Y_f} \frac{d}{a} (\phi_{beschichtet} - \phi_{unbeschichtet}). \quad (25)$$

## 3 Experimentelle Technik

### 3.1 Probenwahl

Für die in dieser Arbeit verwendeten Cantilever wurde als Substratmaterial Silizium verwendet, was wesentliche Vorteile für die kryogene Gütemessung aufweist und somit auch schon in vorherigen Arbeiten Anwendung fand ([4, 6, 7]). Die prinzipielle Geometrie der Probe ist in Abb. 3 ersichtlich. Dieses Substrat ist mit einer 500 nm dicken Tantalpentoxid<sup>9</sup>-Schicht versehen, deren Einfluss auf die Verluste im kryogenen Temperaturbereich untersucht werden soll. Außerdem sollen einzelne dieser beschichteten Cantilever ionenimplantiert werden, d.h. sie werden mit einem Ionenstrahl beschossen, wodurch Ionen in der Tantalpentoxid-Schicht verbleiben.



**Abbildung 3:** Vereinfachte Darstellung der Cantilever-Geometrie. Der dickere Teil am Ende des Cantilevers stellt den Klemmsteg dar, mit dem das Plättchen in den Klemmblock eingespannt wird.

Um zu gewährleisten, dass die untersuchten Cantilever immer wieder identifiziert werden können, wurden diese durchnummeriert und erhielten dann die Bezeichnung *Cantilever #*, wobei # für die jeweilige Nummer des Cantilevers steht. Diese Bezeichnung wird deshalb auch in dieser Arbeit angewandt um Systematik zu ermöglichen.

### 3.2 Kryostat

Bei dem verwendeten Kryostaten, dessen Probenraum schematisch in Abb. 4 ersichtlich ist, handelt es sich um einen sogenannten Badkryostaten der Firma *Thomas Keating Ltd.*, in dem zweikanalig gemessen werden kann. Dazu können zwei Halterungen<sup>10</sup> mit den eingespannten Cantilevern an einer Experimentierplattform angeschraubt werden, wobei die jeweiligen Halterungen durch ein Gehäuse aus mit Aluminiumfolie beklebtem Kupfer umgeben sind<sup>11</sup>.

Über der Experimentierplattform befindet sich ein Tank, welcher im Laufe eines Experimentes mit flüssigem Helium<sup>12</sup> befüllt wird. Um diesen Tank befindet sich ein weiterer Tank, welcher mit flüssigem Stickstoff befüllt wird. Durch diesen Aufbau ist es möglich eine minimale Probentemperatur von  $T \approx 7\text{ K}$  zu erreichen. Um Wärmestrahlung im Kryostaten abzuschirmen, existiert ein Schild auf der Temperatur von flüssigem Stickstoff<sup>13</sup> und ein Schild auf LHe-Temperatur. Mittels Widerständen auf der Rückseite der

---

<sup>9</sup>Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

<sup>10</sup>genannt Klemmblöcke

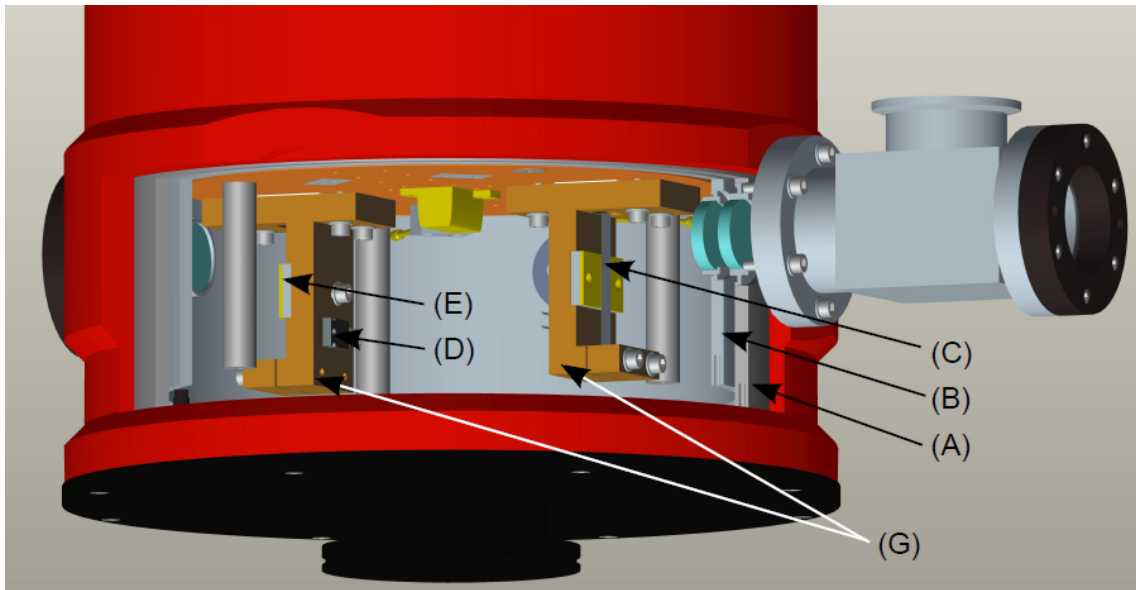
<sup>11</sup>Kupfer bietet eine gute Wärmeleitung; Aluminiumfolie reflektiert einen Großteil der unerwünschten Wärmestrahlung.

<sup>12</sup>kurz: LHe

<sup>13</sup>kurz: LN<sub>2</sub>

Klemmblocke ist es dann möglich, die Proben zu heizen und so gewünschte Probertemperaturen einzustellen, wobei die Temperaturregelung mittels eines Sensors unmittelbar neben dem Heizer erfolgt. Die momentanen Probertemperaturen hingegen werden dabei mithilfe von Sensoren ausgemessen, welche sich nahe an der Probe befinden.

Um die Restgasdämpfung im Kryostaten weitestgehend zu eliminieren, ist es notwendig ein Vakuum<sup>14</sup> zu erzeugen. Dazu wird zunächst eine Vorpumpe verwendet, welche den nötigen Vordruck für eine Turbomolekularpumpe liefert. Mit dieser ist es dann möglich die notwendigen niedrigen Drücke zu erreichen.



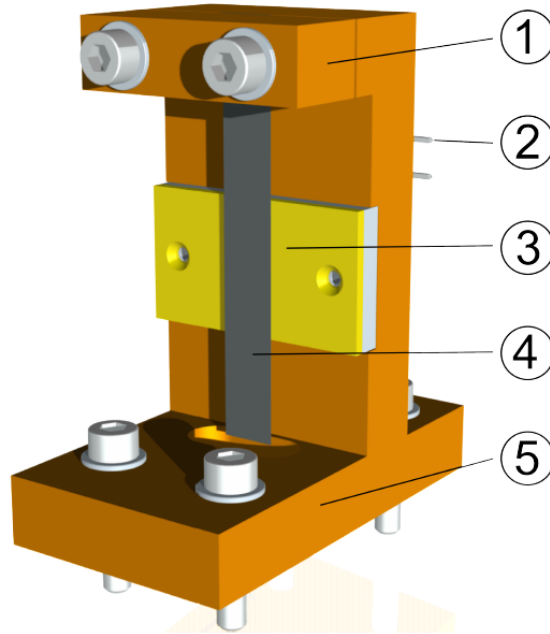
**Abbildung 4:** Schematische Darstellung des Probenraumes im unteren Teil des Kryostaten [6]. (A)..Stickstoffschild, (B)..Heliumschild, (C)..Cantilever, (D)..Heizwiderstand, (E)..Platine mit Anregestruktur, (G)..Klemmblocke.

Der Flansch auf der rechten Bildseite ist nunmehr auf der Rückseite des Kryostaten befestigt und dient dem Anschluss der Turbomolekularpumpe.

### 3.3 Anregen und Auslesen der Cantilever-Schwingung

Wie im Abschnitt zuvor bereits beschrieben, ist der zu untersuchende Cantilever in einen Klemmblock eingespannt, welcher schematisch in Abb. 5 dargestellt ist.

<sup>14</sup>typischer Druck:  $P = 10^{-5}$  mbar



**Abbildung 5:** Schematische Darstellung des Klemmblocks zur Einspannung des Cantilevers [12].

(1)..Klemmsteg zur Befestigung des Cantilevers, (2)..Elektrische Leitungen zum Heizwiderstand und dem Temperatursensor zur Regelung, (3)..Leiterplatte mit Anregestruktur, (4)..Cantilever, (5)..Befestigungsmöglichkeit des Klemmblocks im Kryostaten.

Unmittelbar hinter diesem Cantilever befindet sich eine Leiterplatte mit doppelkamm-ähnlicher Struktur, welche der elektrostatischen Anregung des Cantilevers dient. Dazu ist es möglich, ein hochspannungsverstärktes, harmonisches Signal eines über *LabView* angesteuerten Frequenzgenerators mit letztlich maximal 1,6 kV auf die Anregestruktur zu bringen.

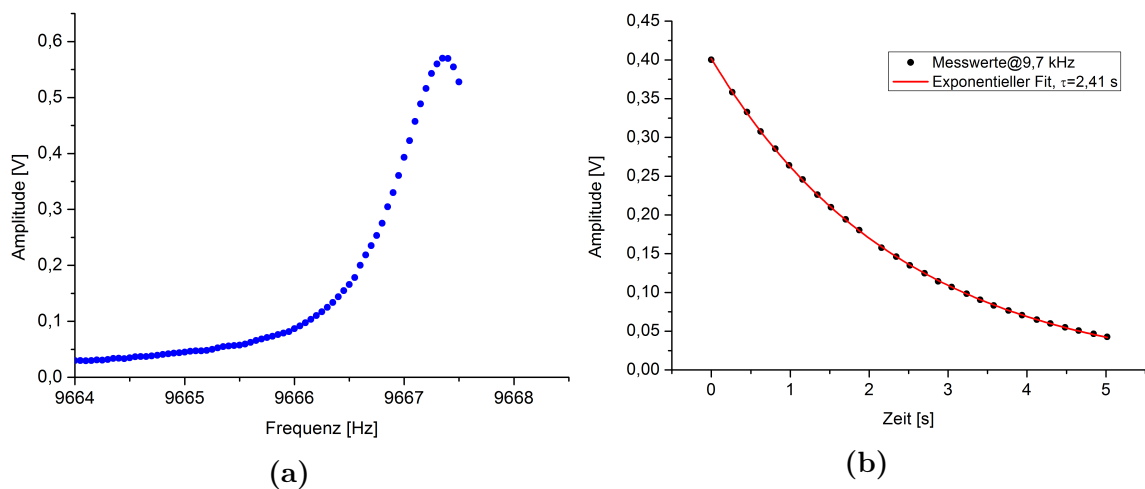
Je näher die vom Frequenzgenerator ausgegebene Frequenz einer Mode des Cantilevers kommt, umso größer ist auch dessen Schwingungsamplitude. Um diese zu detektieren und in ein elektronisch verwertbares Signal zu wandeln, wird ein optisches Ausleseverfahren verwendet. Dabei wird Laserlicht der Wellenlänge 532 nm auf einen Umlenkspiegel<sup>15</sup> gerichtet und fällt anschließend durch optische Durchführungen im Kryostaten auf den schwingenden Cantilever. Je nach Schwingungsamplitude streicht der vom Cantilever reflektierte Strahl dann über die Sensorflächen einer geteilten Photodiode, weshalb das Differenzsignal das Messsignal der Schwingung darstellt.

### 3.4 Exemplarischer Messvorgang

Um die Messung zu steuern, wird ein komplexes *LabView*-Programm verwendet. Ist eine gewisse Temperatur eingestellt, so werden typischerweise 10 bis 15 Moden pro Messkanal ausgemessen<sup>16</sup>.

<sup>15</sup>Der Spiegel kann mittels Steppermotoren eingestellt werden und ermöglicht somit ein ferngesteuertes Nachjustieren.

<sup>16</sup>Es stehen 2 Kanäle für die Messung zur Verfügung.



**Abbildung 6:** Veranschaulichung eines typischen Moden-Scans. Das linke Bild zeigt das Anscannen der Mode bis zum Erreichen der Resonanz. Im rechten Bild zeigt sich dann die Abklingkurve mit exponentiellem Fit zur Bestimmung der Abklingzeit  $\tau$ .

Zur Messung einer Mode wird dabei in einem einstellbaren Frequenzbereich<sup>17</sup> die Generatorfrequenz erhöht, wobei die Amplitude immer mehr ansteigt, je näher die Generatorfrequenz der Resonanzfrequenz der jeweiligen Mode kommt. Ab einem gewissen Schwellenwert der Amplitude, welcher in Prozent der Resonanzamplitude einstellbar ist, beginnt dann eine Anstiegsanalyse (siehe Abb. 6a). Sobald dadurch das Maximum der Amplitude festgestellt worden ist, wird die Anregung des Cantilevers abgeschaltet und das Programm beginnt mit der Abklingmessung (siehe Abb. 6b). Diese erfolgt solange, bis die momentane Amplitude einen gewissen Relativwert der Maximalamplitude unterschreitet oder ein Zeitlimit abgelaufen ist. Nach erfolgreicher Messung der gewünschten Moden der Cantilever auf beiden Kanälen erfolgt dann automatisch der nächste Temperaturschritt.

<sup>17</sup>typischerweise 15 – 40 Hz

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Charakterisierung und Berechnung einer effektiven Cantilever-Dicke

Wie im Abschnitt 2.2.1 bereits dargestellt, ist die Cantilever-Dicke über den Längsverlauf nicht konstant. Um trotzdem einen verlässlichen Wert für die Dicke zu erhalten, beispielsweise um die thermoelastische Dämpfung nach Zener [10] zu berechnen oder den intrinsischen Verlust von Schichten zu bestimmen, gibt es die Möglichkeit eine effektive Cantilever-Dicke  $d_{eff}$  einzuführen. Dies geschieht mittels Umstellen von Gl. (12) nach  $d$  und Kenntnis der jeweiligen Biegefrequenz. Dabei ist es sinnvoll und notwendig höhere Biegemoden zur Berechnung zu verwenden, da mit zunehmender Ordnung der Mode auch mehr Schwingungsbäuche bzw. -knoten auf dem Cantilever existieren, wodurch über einen größeren Teil des Cantilevers gemittelt wird. Würde man hingegen zu niedrige Moden verwenden, wäre die abgeschätzte Dicke verfälscht, da nur wenige Bereiche des Cantilevers in Bezug auf Knoten und Bäuche zur effektiven Dicke beitragen<sup>18</sup>.

Für nachfolgende Betrachtungen wurde die thermische Längenausdehnung sowie die thermische Änderung der Massendichte vernachlässigt, da schon die Messungenauigkeit der Cantilever-Länge<sup>19</sup> selbst eine Größenordnung höher liegt.

Es ergibt sich, dass die Cantilever-Dicke je Mode im betrachteten Temperaturbereich (7 – 300 K) nahezu konstant ist, weshalb der Wert für die effektive Dicke durch Mittelung über alle einzelnen Dicken bezüglich der Temperaturen bestimmt wurde (siehe Tab. 1). Die angegebene maximale Abweichung  $\Delta d_{eff,max}$  resultiert dabei aus der Differenz von größter und kleinster errechneter Dicke und ist mit maximal 1,7% nur sehr gering, was die Mittelwertbildung bezüglich der Temperaturen rechtfertigt.

**Tabelle 1:** Effektive Cantilever-Dicke für 3 verschiedene Biegemoden desselben Cantilevers (hier: Cantilever 6). Die Maximalabweichung soll dabei nicht als Abweichung der einzelnen Dicken vom Mittelwert dienen, sondern aufzeigen, dass kleinster und größter Dickenwert nur marginal voneinander abweichen.

Mode	Dicke $d_{eff}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta d_{eff,max}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Relative Maximalabweichung
2, 1 kHz	117	2	1,7%
5, 1 kHz	116	1	0,9%
15, 2 kHz	115	1	0,9%

Offensichtlich ist, dass die Dicke bezüglich der Ordnung der Mode variiert. Allerdings ist diese Abweichung so gering und die Werte für die Dicken liegen so nahe beieinander, dass eine erneute Mittelwertbildung über die einzelnen Moden gerechtfertigt ist und man somit eine endgültige effektive Cantilever-Dicke (für Cantilever 6) erhält:

$$d_{eff} = 116 \mu\text{m}.$$

Führt man eine Größtfehlerabschätzung hinsichtlich thermischer Änderung von Massendichte, Elastizitätsmodul, Längenänderung, Biegefrequenz und der Messungenauigkeit der Cantilever-Länge durch, so erhält man eine maximale relative Abweichung von

<sup>18</sup>Bei Verwendung der Grundmode erhielte man die Dicke des Cantilevers unmittelbar hinter dem Klemmsteg, was nicht der gesuchten effektiven Dicke entspricht.

<sup>19</sup>Die Messung erfolgte mit einem Messschieber.



$$\frac{\Delta d_{eff}}{d_{eff}} = 1,3\%.$$

Hier wurden Berechnung und Ergebnisse bezüglich der effektiven Cantilever-Dicke nur am Beispiel eines einzigen Cantilevers dargestellt, da sich die Verhältnisse bei allen Cantilevern als analog herausgestellt haben. Somit ist eine explizite Ausführung für die weiteren Cantilever nicht nötig und die restlichen Werte der einzelnen Cantilever-Dicken finden sich nachfolgend in Tab. 2. Als Ungenauigkeit wird für alle Cantilever die schon für Cantilever 6 abgeschätzte relative Abweichung von 1,3% angenommen.

**Tabelle 2:** Übersicht über die aus den Biegefrequenzen bestimmten effektiven Cantilever-Dicken für alle untersuchten Cantilever.

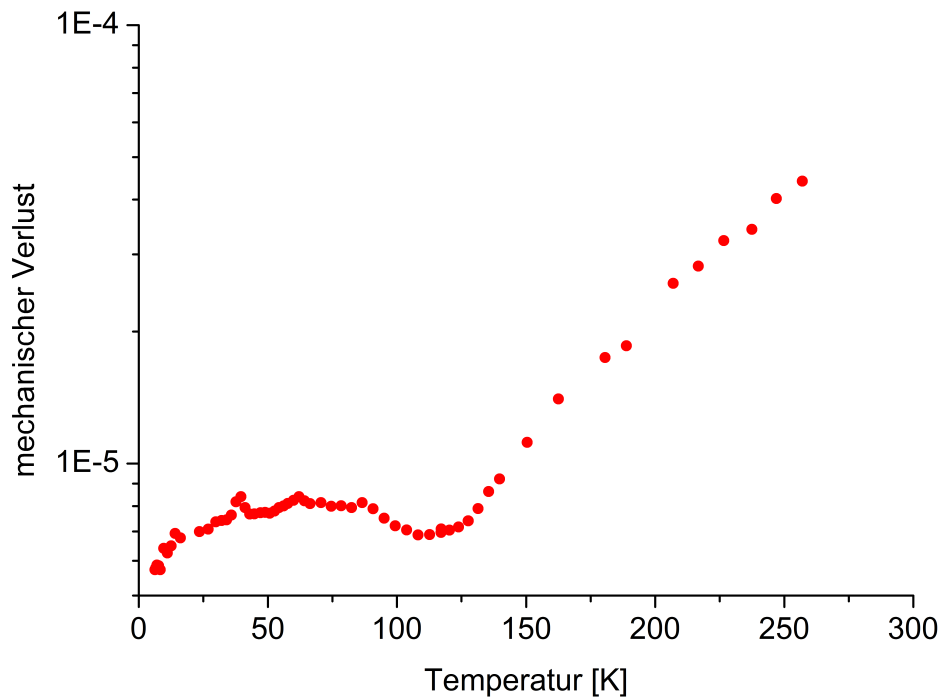
Cantilever	2	4	5	6	7	8	9	11
Dicke $d_{eff}$ [ $\mu\text{m}$ ]	154	158	132	116	139	136	137	154

Die angewandte Methode zur Bestimmung der Cantilever-Dicke liefert also Resultate von hinreichend guter Genauigkeit, weshalb die errechneten Werte als repräsentativ angesehen werden können.

## 4.2 Mechanischer Verlust tantalpentoxid-beschichteter Silizium-Cantilever

### 4.2.1 Untersuchung bezüglich einer repräsentativen Biegemode

Um den mechanischen Verlust in Abhängigkeit der Temperatur zu bestimmen, wurde gemäß Abschnitt 3.4 vorgegangen. Als Messwerte erhält man somit die Resonanzfrequenz und die zugehörige Abklingzeit bei der jeweiligen Temperatur. Unter Verwendung von Gl. (6) lässt sich dadurch zunächst die mechanische Güte berechnen, welche mittels Gl. (8) dann auf den gesuchten mechanischen Verlust führt. Trägt man dann den mechanischen Verlust gegen die Temperatur auf, ergibt sich ein Verlustplot wie in Abb. 7.

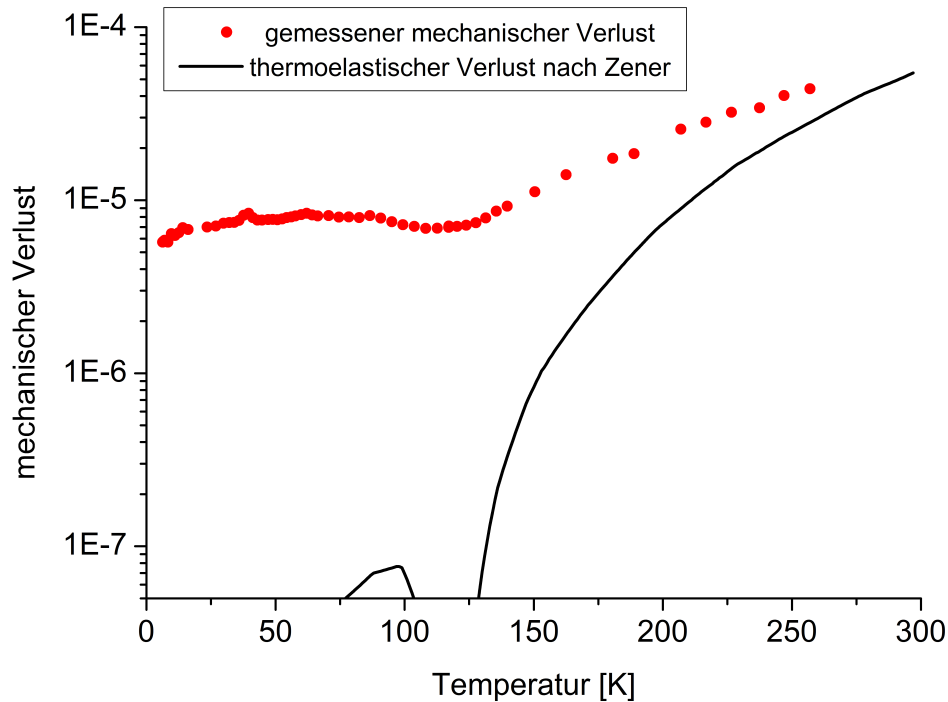


**Abbildung 7:** Gemessener mechanischer Verlust eines mit Tantalpentoxid beschichteten Silizium-Cantilevers (Cantilever 4) bei einer Resonanzfrequenz von 18,5 kHz.

Bei einer Temperatur von 257 K liegt der Verlust bei  $4,4 \cdot 10^{-5}$  und sinkt dann für kleiner werdende Temperaturen ab bis er ein lokales Minimum vom Wert  $7,0 \cdot 10^{-6}$  an der Stelle von ca. 120 K erreicht. Dann erfolgt ein Anstieg des Verlustes auf ein Plateau im Temperaturbereich von etwa 35 – 85 K, wobei ein durchschnittlicher Wert von  $\approx 8,0 \cdot 10^{-6}$  angenommen wird. Nach dem Plateau fällt auch der Verlust mit fallender Temperatur wieder ab bis auf einen Wert von  $5,7 \cdot 10^{-6}$ , was zugleich den geringsten Verlust über den gesamten Temperaturbereich darstellt.

Innerhalb des beschriebenen Plateaus von 35 – 85 K zeigen sich darüber hinaus 3 kleine Verlustpeaks bei 40 K, 62 K und 87 K mit Verlustwerten von  $8,4 \cdot 10^{-6}$ ,  $8,4 \cdot 10^{-6}$  und  $8,2 \cdot 10^{-6}$ .

Eine Erklärung dieses qualitativen Verlustverlaufes kann größtenteils mithilfe der thermoelastischen Dämpfung gemäß Gl. (16) bewerkstelligt werden, welche zusätzlich zur Messkurve in Abb. 8 dargestellt ist.



**Abbildung 8:** Gemessener mechanischer Verlust aus Abb. 7 sowie der nach Gl. (16) berechnete thermoelastische Verlust.

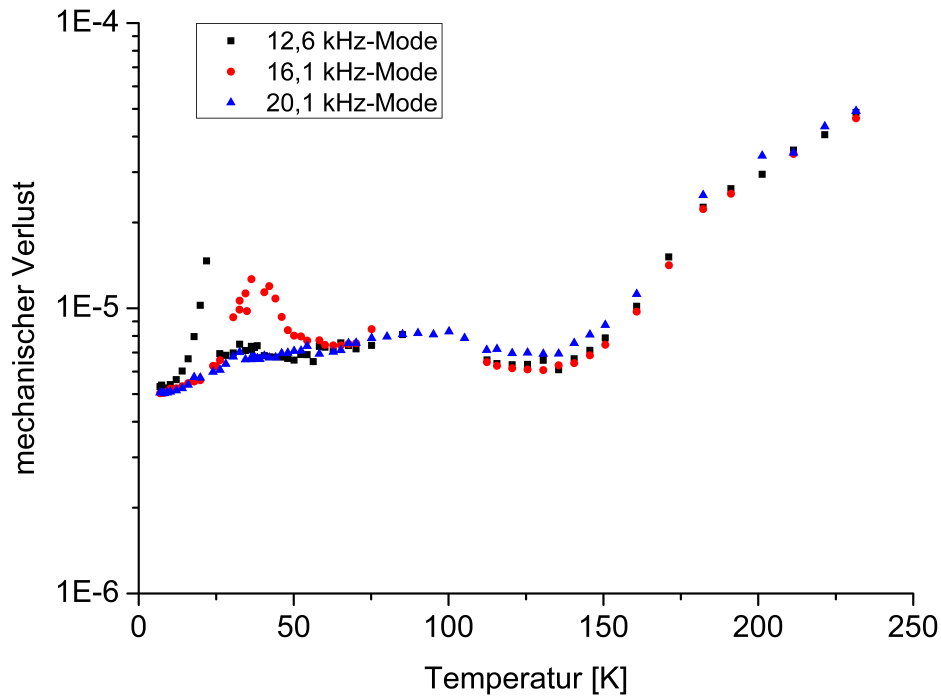
Es zeigt sich dabei, dass für Temperaturen größer 80 K der gemessene mechanische Verlust durch die thermoelastische Dämpfung dominiert ist. Dies ist zum einen daran sichtbar, dass das bei 120 K liegende lokale Minimum der Messkurve auch mit dem Nulldurchgang der thermoelastischen Dämpfung zusammenfällt und zum anderen daran, dass beide Kurven mit wachsender Temperatur ähnlich ansteigen. Diese Verhältnisse werden auch durch die Ergebnisse von Kroker [7] und Komma [6] bestätigt. Die auftretenden, quantitativen Abweichungen von der theoretischen Kurve resultieren aus der realen Cantilever-Geometrie und eventuell aus Effekten durch die Klemmung des Cantilevers [7].

Für Temperaturen kleiner 80 K hingegen ist der Verlust weitgehend unabhängig von der Temperatur und nicht durch die thermoelastische Dämpfung erklärbar. Diese würde nämlich offensichtlich einen starken Abfall des Verlustes zur Folge haben, welcher hingegen nicht beobachtet wird. Stattdessen existiert ein gewisser, nahezu konstanter Restverlust, welcher von den intrinsischen Verlusten des Tantalpentoxids geprägt ist. Die drei einzelnen Verlustpeaks könnten durch Defekte innerhalb des Cantilevers induziert sein.

#### 4.2.2 Untersuchungen zu verschiedenen Moden desselben Cantilevers

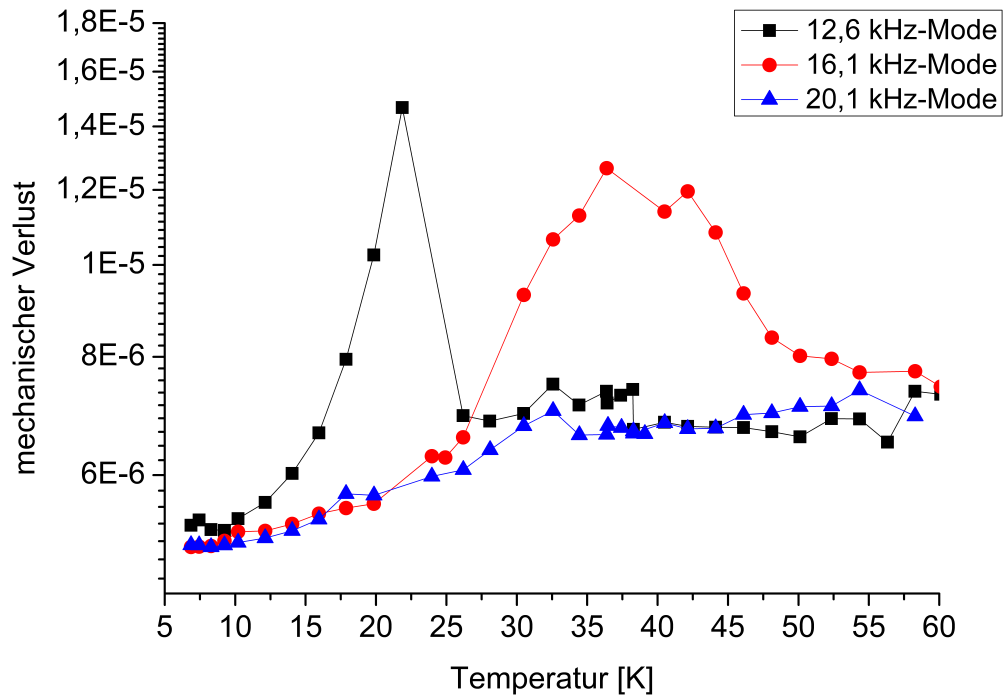
Nachdem im vorherigen Abschnitt eine typische Biegemode hinsichtlich ihres Verlustverlaufes untersucht worden ist, soll nachfolgend nun eine Charakterisierung der Verlustverläufe in Bezug auf mehrere Moden desselben Cantilevers erfolgen.

Für Cantilever 2 wurden dazu die mechanischen Verluste dreier verschiedener, aufeinanderfolgender Moden in demselben Plot dargestellt (Abb. 9).



**Abbildung 9:** Gemessener mechanischer Verlust für 3 direkt beieinander liegende Moden des Cantilever 2.

Es zeigt sich, dass für Temperaturen  $T > 60$  K die Verluste für alle drei Moden nahezu gleich verlaufen, wobei das lokale Minimum an der gleichen Stelle angenommen wird. Die Verlustwerte selbst weichen dabei bis hin zu einer Temperatur von 231 K voneinander maximal um 8% ab, wobei der gemittelte Maximalwert des Verlustes  $4,8 \cdot 10^{-5}$  beträgt. Unterhalb der 60 K sind die Verläufe der einzelnen Moden allerdings voneinander verschieden, was sich anhand von Abb. 10 charakterisieren lässt.



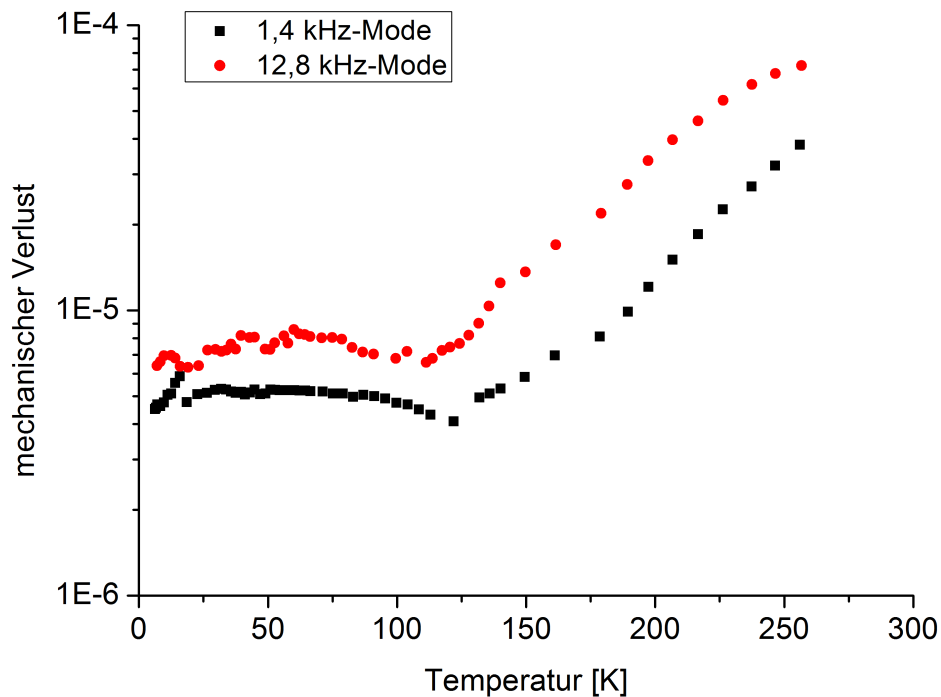
**Abbildung 10:** Ausschnitt aus Abb. 9. Zur besseren Übersicht der Zugehörigkeiten sind die Messpunkte gleicher Moden miteinander verbunden.

Der Unterschied im Kurvenverlauf besteht hierbei darin, dass ein Peak des mechanischen Verlustes je nach Mode bei unterschiedlichen Temperaturen auftritt, d.h. je höher die Frequenz der Mode ist, umso größer ist die Temperatur des Peaks. Der Verlust dieser Peaks ist dabei etwa 2,2 mal so hoch wie der Verlust des anschließenden Temperaturbereiches. Aufgrund der Frequenzabhängigkeit dieser Peaks sind sie wohl auf Defekte innerhalb der Cantilever-Materialien zurückzuführen. Bei der Mode der Frequenz 20,1 kHz ist dieser Peak weniger stark ausgeprägt und eher breit gezogen.

Abgesehen davon, dass die defektinduzierten Peaks an verschiedenen Stellen liegen, stimmen die Verlustverläufe für kleiner werdende Temperaturen wieder gut überein und erreichen schließlich den gemittelten Minimalwert von  $5,1 \cdot 10^{-6}$  bei einer Temperatur von 7 K.

Vergleicht man anstatt direkt beieinander liegender Moden solche, die weiter auseinander liegen, hier am Beispiel zweier Moden des Cantilever 4, so sind die Kurvenverläufe in Abb. 11 repräsentativ für die vorliegenden Verhältnisse<sup>20</sup>.

<sup>20</sup>Die Ordnungen der Moden sind 3 und 8, d.h. sie liegen hinreichend weit auseinander.



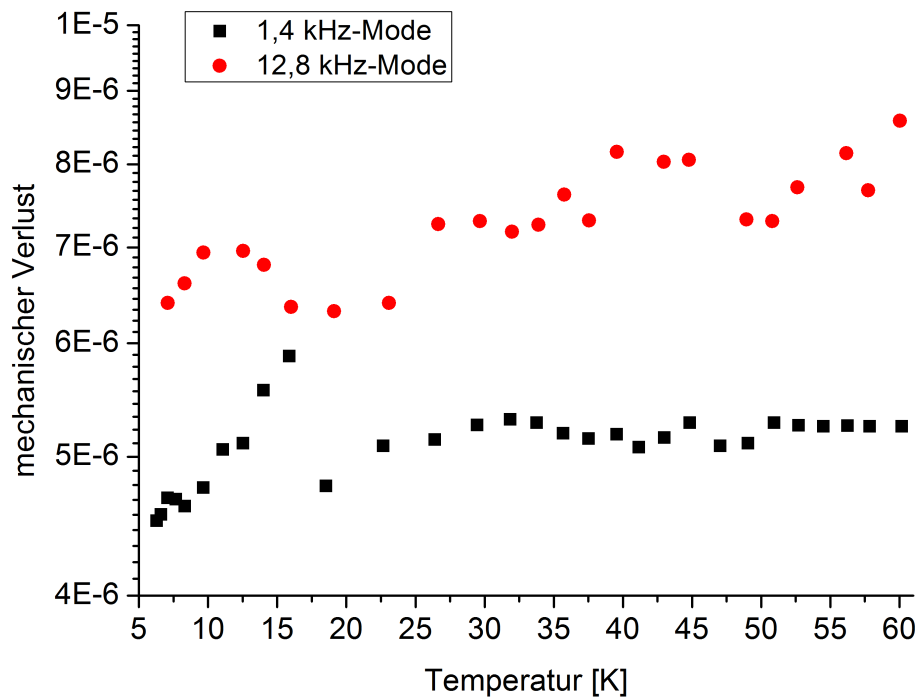
**Abbildung 11:** Gemessener mechanischer Verlust für 2 bezüglich der Ordnung weit auseinander liegende Moden des Cantilever 4.

Auch hier zeigt sich das Verhalten, dass der qualitative Verlauf für beide Graphen in großen Temperaturbereichen nahezu gleich ist, allerdings mit nun deutlich unterschiedlichen Werten des Verlustes. Die maximale Abweichung für den Temperaturbereich  $T > 60$  K beispielsweise beträgt hier ca. 180%, was ein wesentlicher Anstieg ist verglichen mit den 8%, welche für die 3 direkt beieinander liegenden Moden bestimmt werden konnten. Für eine Temperatur von 256 K wurden dabei die maximalen Verluste der Messreihe,  $3,8 \cdot 10^{-5}$  und  $7,2 \cdot 10^{-5}$ , gemessen.

Dass für beide Moden die lokalen Minima so weit auseinander liegen, ist womöglich darin begründet, dass es sich bei dem Verlustwert bei  $T = 124$  K um einen Ausreißer nach unten handelt und der lokale Minimalwert schon eher angenommen wird. Leider existieren in diesem Temperaturbereich für die 1,4 kHz-Mode nur wenig Messwerte, da die Mode hier in der Messung kurzzeitig verloren wurde.

Am Bereich unterhalb 60 K, sichtbar in Abb. 12, wird deutlich, dass auch hier der Verlustverlauf beider Moden qualitativ wieder nahezu gleich ist, die Werte hingegen deutlich voneinander abweichen. Für die Temperatur von 6,2 K ergaben sich dabei die Verluste  $4,5 \cdot 10^{-6}$  und  $8,5 \cdot 10^{-6}$ .

Der bei beiden Moden auftretende Verlustpeak um 17 K bzw. 12 K könnte durch eine kristalline Phase des Tantalpentoxid, wie bei Kroker [7] beschrieben, verursacht sein, was auf eine nicht vollkommen amorphe Schicht auf dem Cantilever schließen lassen könnte. Andererseits könnte es sich auch um anderweitige, defektinduzierte Verluste handeln. Nähere Untersuchungen dazu sind allerdings nicht Teil dieser Arbeit.



**Abbildung 12:** Ausschnitt aus Abb. 11. Zu erkennen ist, dass die Verlustwerte für die 12,8 kHz-Mode stärker streuen als die Werte für die 1,4 kHz-Mode.

Zusammenfassend lässt sich also folgendes für die hier betrachteten Cantilever feststellen: Für den Verlust von direkt benachbarten Moden zeigt sich, dass die Verläufe qualitativ und quantitativ nahezu identisch sind, wobei die maximale Abweichung im Bereich von 10% liegt.

Betrachtet man stattdessen den Verlust von Moden, welche von deutlich unterschiedlicher Ordnung sind, so sind die Verläufe nur qualitativ nahezu identisch. Die Werte des Verlustes selbst weichen dann mitunter stark voneinander ab, bei Cantilever 4 um maximal 180%.

#### 4.2.3 Übersicht zu charakteristischen Verlustwerten der vermessenen Cantilever

Um einen Überblick darüber zu bekommen, in welchem Bereich die Verluste bei allen vermessenen Cantilevern an charakteristischen Temperaturstellen liegen, wurden für alle verlässlichen Verlustplots die Werte an den Stellen des globalen Minimums um 7 K, des lokalen Minimums um 122 K und des globalen Maximums um 230 K miteinander verglichen und die Minimal- bzw. Maximalwerte in nachfolgender Tabelle 3 zusammengetragen.

**Tabelle 3:** Überblick über Minimal- und Maximalwerte des Verlustes an charakteristischen Temperaturstellen für alle vermessenen Cantilever. Der Ausdruck  $\phi_{min}$  steht dabei für den minimalen mechanischen Verlust und  $\phi_{max}$  für den maximalen mechanischen Verlust.

	globales Minimum	lokales Minimum	globales Maximum
Mechanischer Verlust $\phi_{min}$	$4,9 \cdot 10^{-6}$	$5,3 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$
Mechanischer Verlust $\phi_{max}$	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$7,5 \cdot 10^{-6}$	$5,8 \cdot 10^{-5}$
Maximale Abweichung	30%	29%	75%

Die maximale Abweichung der Verlustwerte von 30% im globalen Minimum, also im Tieftemperaturbereich, sind dadurch erklärbar, dass die verschiedenen Cantilever auch verschiedene Oberflächenbeschaffenheiten aufweisen, welche die intrinsischen Verluste hier überlagern bzw. beeinflussen könnten. Im Bereich des globalen Maximums, also um 230 K, ist der Verlust abhängig von verschiedenen thermischen Parametern und der Modenfrequenz, weshalb die Abweichung mit 75% hier auch mehr als doppelt so groß ist wie die Abweichung im globalen Minimum.

Die Tatsache, dass bei den unterschiedlichen Cantilevern im Tieftemperaturbereich an verschiedenen Stellen Verlustpeaks auftreten oder auch nicht, liegt vermutlich darin begründet, dass die verschiedenen Cantilever eben auch verschiedene Defekte oder verschiedene Ausprägungen<sup>21</sup> des Tantalpentoxids aufweisen.

### 4.3 Mechanischer Verlust nach Ionenimplantation

Viele amorphe Schichtmaterialien weisen bei kryogenen Temperaturen einen recht breiten Verlustpeak auf (wie auch ersichtlich in Abb. 10 aus Abschnitt 4.2.2). Da dieser auf Platzwechselfvorgänge von Verunreinigungen im Material zurückgeht [6], soll untersucht werden inwiefern mithilfe von Ionenimplantation die Platzwechselprozesse blockiert werden können und somit der mechanische Verlust beeinflusst werden kann.

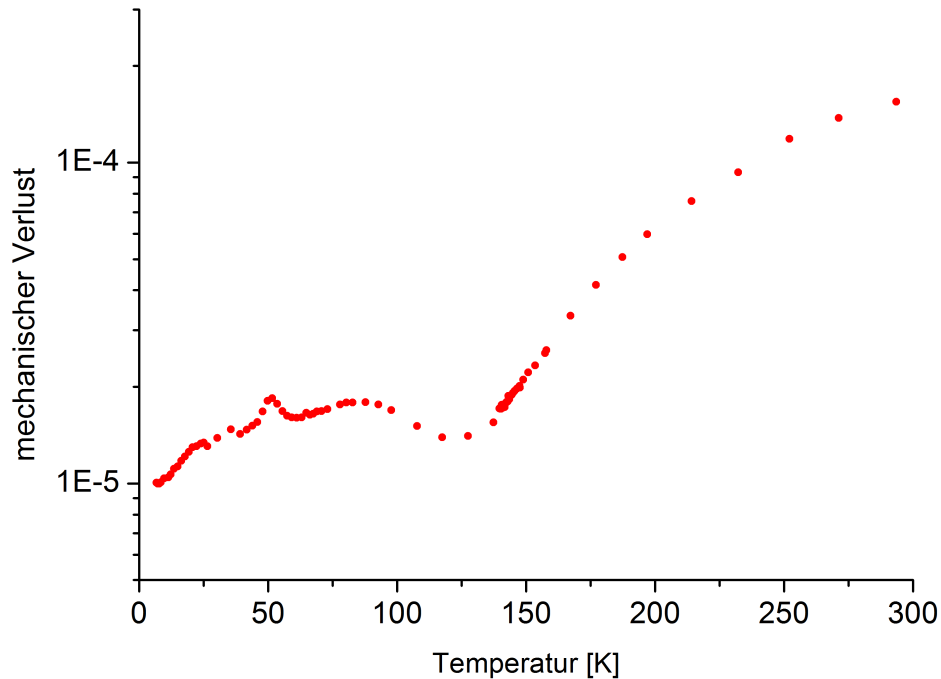
Vorherige Arbeiten von Komma [6] und Schwarz [12] haben diesbezüglich bereits gezeigt, dass eine Beeinflussung des Verlustes durch die Ionenimplantation gegeben ist. Dazu wurden durch die Arbeitsgruppe Ionenstrahlphysik der Friedrich-Schiller-Universität Jena Silberionen bei einer Energie von 750 keV in einen mit Tantalpentoxid beschichteten Silizium-Cantilever implantiert. Die verwendete Energie ist dabei so berechnet, dass das Maximum der Verteilung der Silberionen in der Mitte der Tantalpentoxid-Schicht liegt.

Analog wurde bei der Untersuchung für diese Arbeit vorgegangen: In einen tantalpentoxidbeschichteten Silizium-Cantilever wurden Silberionen mit den gleichen Parametern wie bei [6] und [12] implantiert und anschließend wieder eine Verlustmessung durchgeführt. Im zugehörigen Verlustplot (Abb. 13) zeigt sich dann für den Temperaturbereich von 80 K bis Raumtemperatur ein Verhalten wie für nicht implantierte Cantilever. Für kleinere Temperaturen hingegen ist nun ein deutlicher Verlustpeak um 50 K sichtbar, welcher bei nicht implantierten Cantilevern nicht auftritt. Dies geht konform mit den Ergebnissen von Komma [6] und Schwarz [12], bei denen allerdings ein weiterer Peak um 25 K auftrat. In Abb. 13 ist zwar eine leichte Erhöhung des Verlustes an dieser Stelle erkennbar, welche allerdings nicht als Peak identifizierbar ist.

---

<sup>21</sup>rein amorph oder aber teilweise kristallin





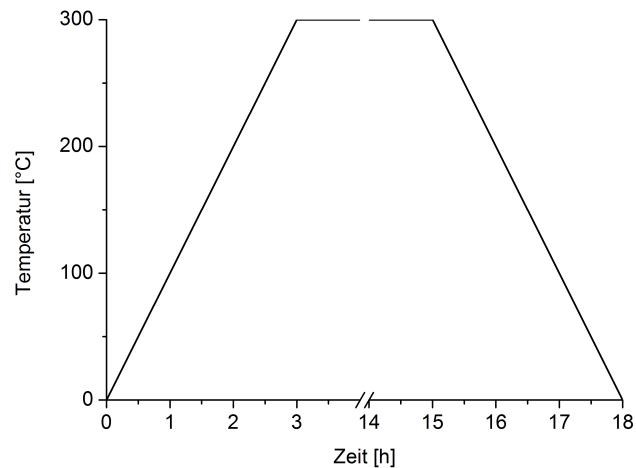
**Abbildung 13:** Gemessener mechanischer Verlust eines tantalpentoxid-beschichteten Silizium-Cantilevers nach Silberionen-Implantation. Dargestellt ist exemplarisch die Mode der Resonanzfrequenz 20,5 kHz.

Erklärbar ist der nach Ionenimplantation auftretende Verlustpeak um 50 K wohl durch Strahlenschäden im Tantalpentoxid, da durch Schwarz [12] Strahlenschäden des Siliziums ausgeschlossen werden konnten.

#### 4.3.1 Verlust nach thermischer Nachbehandlung

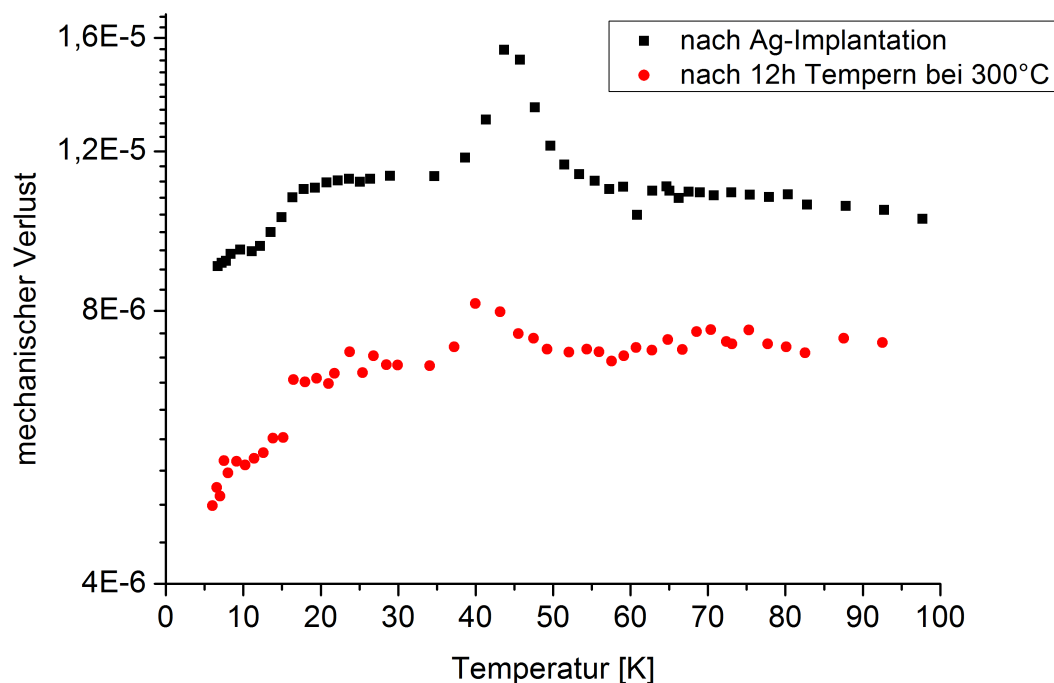
Eine Möglichkeit die eben angesprochenen Strahlenschäden durch die Implantation zu verringern und dadurch den Verlust weiter zu beeinflussen, ist eine thermische Nachbehandlung des zuvor vermessenen Cantilevers im Rohrofen<sup>22</sup>. Dazu wurde der Ofen über 3 Stunden auf 300°C geheizt, über 12 Stunden bei dieser Temperatur belassen und anschließend über 3 Stunden abgekühlt. Das zugehörige Zeitregime für das Aufheizen bzw. Abkühlen ist in Abb. 14 dargestellt.

<sup>22</sup>Dies wird als Annealing bezeichnet.



**Abbildung 14:** Darstellung der Temperatureinstellungen am Rohrofen. Die Temperatur wird über 3 Stunden linear erhöht und über 3 Stunden linear zurückgenommen. Dazwischen wird die Temperatur konstant bei 300°C belassen.

Bestimmt man nun den Verlust des thermisch nachbehandelten Cantilevers in Abhängigkeit der Temperatur, so zeigen sich im Tieftemperaturbereich signifikante Änderungen im Vergleich zum thermisch unbehandelten, was anhand von Abb. 15 deutlich wird.



**Abbildung 15:** Gemessener mechanischer Verlust eines tantalpentoxid-beschichteten Silizium-Cantilevers nach Ionenimplantation und anschließendem Annealing für die 1,4 kHz-Mode. Zum Vergleich ist der Verlustverlauf der Mode vor dem Annealing ebenfalls dargestellt.

Zum einen liegt der komplette Verlustverlauf nach dem Annealing vom Wert nahezu konstant unterhalb dem Verlauf des thermisch unbehandelten Cantilevers. Im Durchschnitt zeigen sich im Tieftemperaturbereich nach der Wärmebehandlung um ca. 34% niedrigere Verluste, also etwa 10% mehr als bei den Untersuchungen von Schwarz [12], welcher 20% – 25% feststellen konnte.

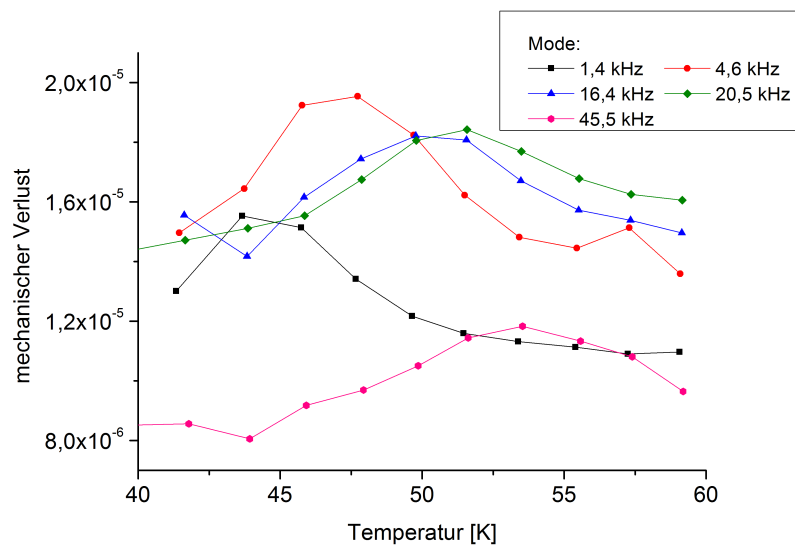
Zum anderen ist der Verlustpeak um 50 K nach dem thermischen Behandeln des Cantilevers nun ebenfalls deutlich kleiner als zuvor. Bei den Messungen von Schwarz [12] hingegen ist der besagte Peak nach dem Annealing nicht mehr existent. Womöglich ist die Tantalpentoxid-Schicht noch nicht hinreichend ausgeheilt, weshalb bei längerer thermischer Nachbehandlung das selbe Ergebnis erzielt worden und der Peak vollkommen verschwunden wäre.

Die wahrscheinlichste Erklärung für die Absenkung des Verlustes im Tieftemperaturbereich nach dem Annealing ist, dass durch die Silber-Ionen nach der Ausheilung der Schicht bestimmte Zwischengitterplätze besetzt werden, wodurch Platzwechselprozesse des Sauerstoffes im Tantalpentoxid eingeschränkt werden. Infolgedessen ist die Energiedissipation geringer, was den Verlust verringert [12].

#### 4.3.2 Aktivierungsenergie des Verlustpeaks

Wie im Unterabschnitt 2.3.2 beschrieben, existiert für defektinduzierte Verluste eine thermische Aktivierungsenergie  $E_a$ . Unter der Annahme, dass für den maximalen Verlust die Beziehung  $\omega\tau = 1$  gilt, ist es möglich mittels eines sogenannten Arrheniusplots diese Aktivierungsenergie für den Verlustpeak um 50 K zu bestimmen. Dazu ermittelt man für die verschiedenen vermessenen Moden die Temperatur  $T_0$ , bei der der Verlustpeak sein Maximum annimmt und die zugehörige Resonanzfrequenz  $\omega$ . Trägt man dann gemäß Gl. (18)  $\ln \omega$  gegen  $1/T_0$  auf, so kann aus dem Anstieg der entstehenden Geraden die Aktivierungsenergie errechnet werden.

In Abb. 16 sind nun einige der für den Arrheniusplot verwendeten Verlustpeaks dargestellt. Der Arrheniusplot selbst ist in Abb. 17 ersichtlich.

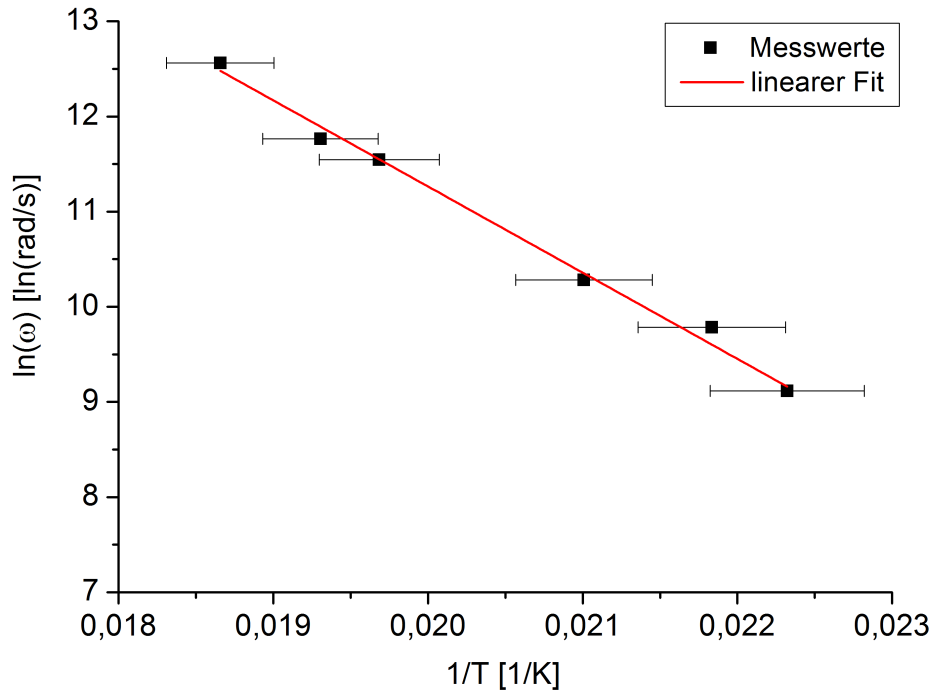


**Abbildung 16:** Verlustpeaks um 50 K für verschiedene Moden des ionenimplantierten Cantilevers. Die dargestellten Moden werden zur Erstellung eines Arrheniusplots verwendet.

Mittels der eben vorgestellten Methode kann aus dem linearen Fit in Abb. 17 die Aktivierungsenergie bestimmt werden zu

$$E_a = (78 \pm 6) \text{ meV}.$$

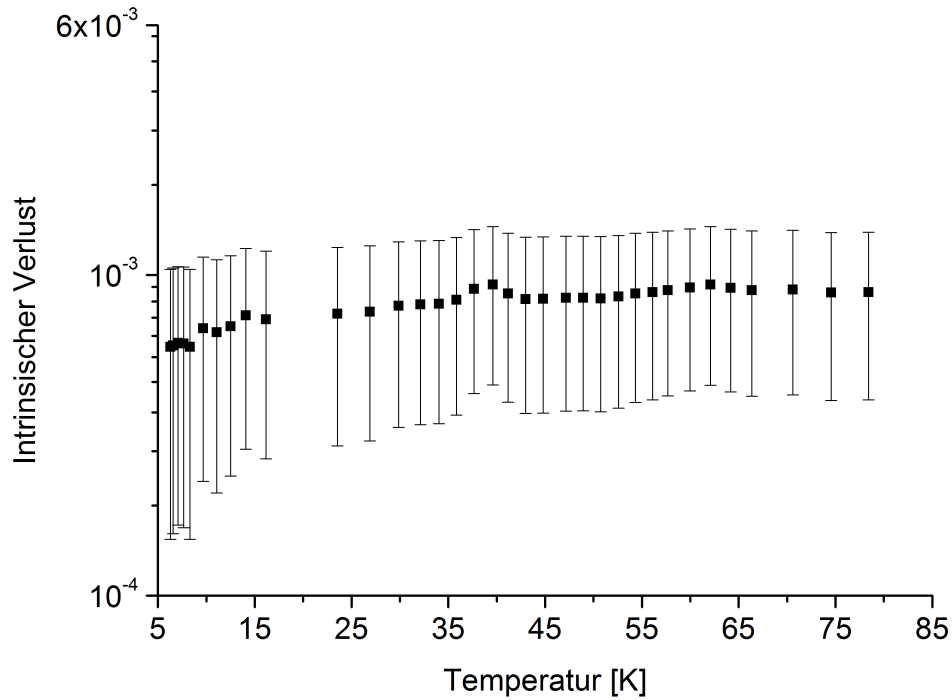
Damit kann die von Komma [6] ermittelte Aktivierungsenergie für diesen Verlustpeak bestätigt werden, wenn auch mit größerer Ungenauigkeit von etwa 8%.



**Abbildung 17:** Arrheniusplot zu den in Abb. 16 gezeigten Peaks zur Bestimmung der thermischen Aktivierungsenergie.

#### 4.4 Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht

Bisher wurden ausschließlich die Verluste der gesamten Cantilever betrachtet, d.h. die Verluste des Gesamtsystems aus Silizium-Substrat und Tantalpentoxid-Schicht. Mittels Gl. (25) ist es möglich, den reinen intrinsischen Verlust der Tantalpentoxid-Schicht zu bestimmen, welcher in Abb. 18 für den Tieftemperaturbereich dargestellt ist.



**Abbildung 18:** Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 4 für die 18,5 kHz-Mode. Die eingezeichneten Messungenauigkeiten resultieren aus einer Größtfehlerabschätzung bezüglich der in Gl. (25) vorkommenden Parameter.

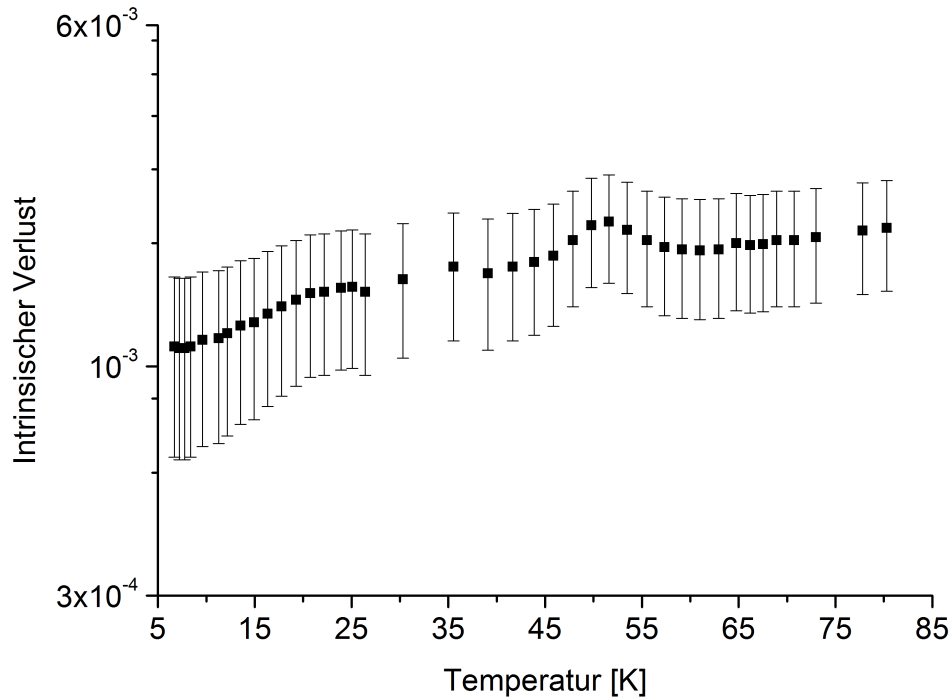
Offensichtlich ist der reine Schichtverlust des Tantalpentoxids im Tieftemperaturbereich leicht ansteigend, eher nahezu konstant, und erreicht für die betrachtete Mode den durchschnittlichen Wert von  $8,0 \cdot 10^{-4}$ . Der minimale Verlustwert für diese Mode liegt bei  $6,0 \cdot 10^{-4}$  und wird an der Stelle  $T = 6 \text{ K}$  angenommen.

Der minimal erreichbare, intrinsische Verlustwert aller durchgeführten Messungen, d.h. für alle vermessenen Cantilever, beträgt

$$\phi_{\text{Schicht,min}} = (4,9 \pm 3,2) \cdot 10^{-4}$$

und liegt damit um den Faktor 1,4 niedriger als der minimal von Kroker [7] erreichte Wert. Die angegebene Ungenauigkeit ist mit 65 % recht groß, was hauptsächlich aus der zu 300 % angenommenen Ungenauigkeit des Substratverlustes resultiert. Dies ist insofern gerechtfertigt, als dass die vermessenen Cantilever vor der Beschichtung mit Tantalpentoxid nicht charakterisiert wurden und dadurch auf Ergebnisse von Komma [6] und Kroker [7] zurückgegriffen werden musste. Aus den Abweichungen von deren Verlustwerten untereinander wurde der hier angenommene Fehler des Substratverlustes abgeschätzt. Dass die Messwerte trotzdem aussagekräftig und repräsentativ sind, zeigt sich am stetigen Verlauf der Messkurven.

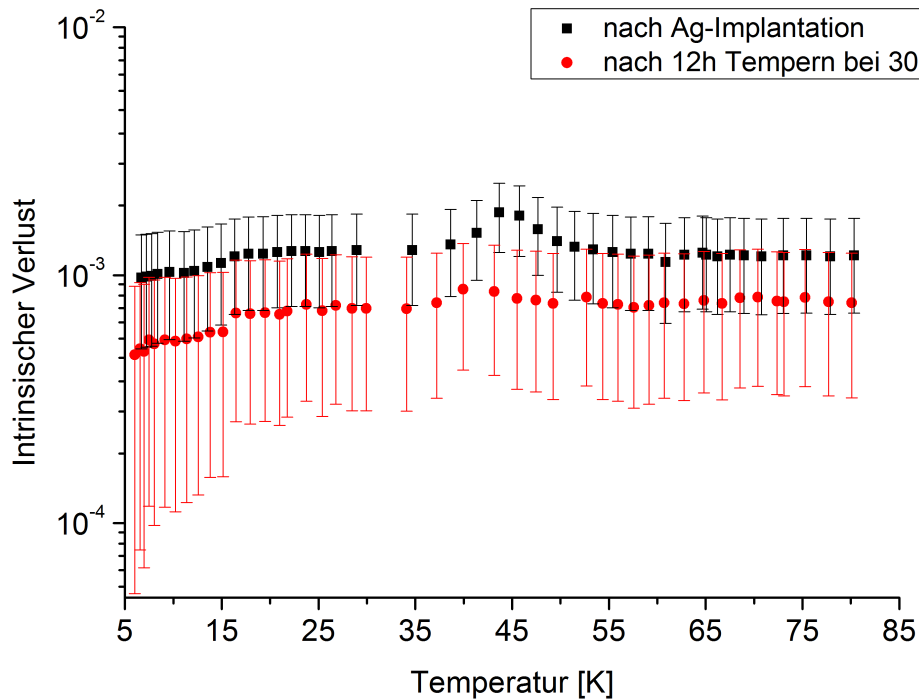
Nach Ionenimplantation in die Tantalpentoxid-Schicht erhält man für den intrinsischen Verlust einen Verlauf wie in Abb. 19.



**Abbildung 19:** Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 11 nach Ionenimplantation für die 20,5 kHz-Mode.

Es zeigt sich das schon in Abschnitt 4.3 beschriebene Verhalten: Im Tieftemperaturbereich existiert ein Verlustplateau analog zum nicht-implantierten Fall, wobei auch hier die Verlustwerte mit der Temperatur leicht ansteigen. Bei ca. 50 K tritt nach der Implantation ein charakteristischer Verlustpeak auf, welcher ebenfalls im Abschnitt 4.3 bereits erklärt worden ist. Der Wert des Verlustpeaks liegt hierbei um den Faktor 1,2 höher als der minimale Verlust des Plots, welcher bei 7 K angenommen wird.

Nach Annealing des zuvor ionenimplantierten Cantilevers kann erneut der Schichtverlust bestimmt werden. Zusammen mit dem Schichtverlust des thermisch unbehandelten Cantilevers ist dieser in Abb. 20 dargestellt.



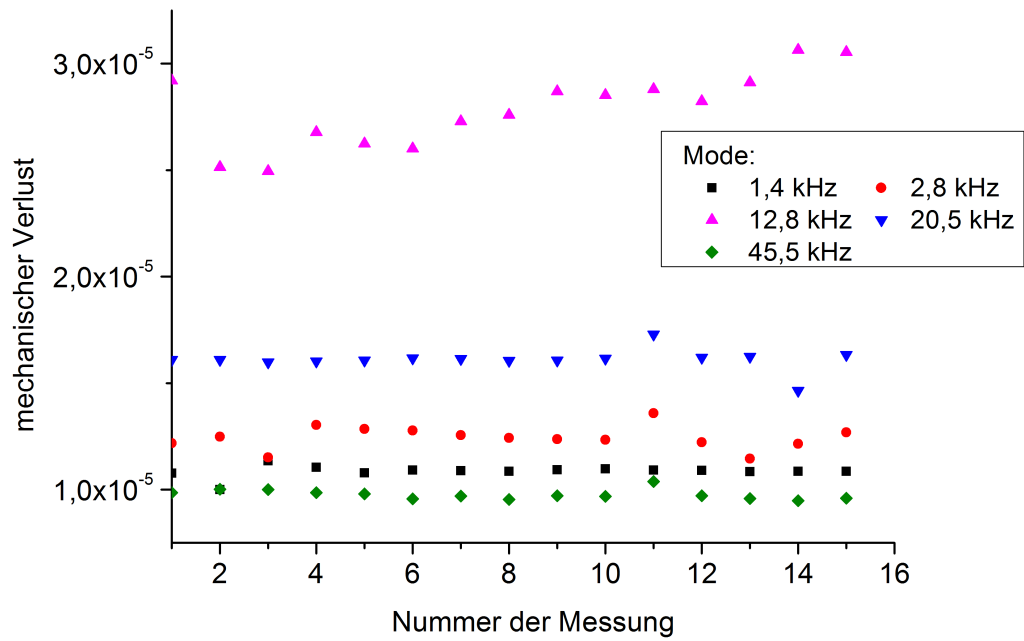
**Abbildung 20:** Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 11 nach Ionenimplantation und anschließendem Annealing für die 1,4 kHz-Mode. Zum Vergleich ist der intrinsische Verlust vor der thermischen Behandlung zusätzlich geplottet.

Wie im Abschnitt 4.3.1 bereits beschrieben, zeigen sich folgende Auffälligkeiten: Zum einen verkleinert sich der Verlustpeak, hier um den Faktor 2. Zum anderen liegt der komplette intrinsische Verlustverlauf im Tieftemperaturverlauf um durchschnittlich 34 % niedriger als vor dem Annealing, wobei der minimal erreichbare Schichtverlust vor der Wärmebehandlung  $9,8 \cdot 10^{-4}$  beträgt und bei einer Temperatur von 7 K angenommen wird. Nach der thermischen Behandlung und somit nach teilweise Ausheilung der Schicht konnte bei  $T = 7$  K ein minimaler Schichtverlust von  $4,9 \cdot 10^{-4}$  erreicht werden.

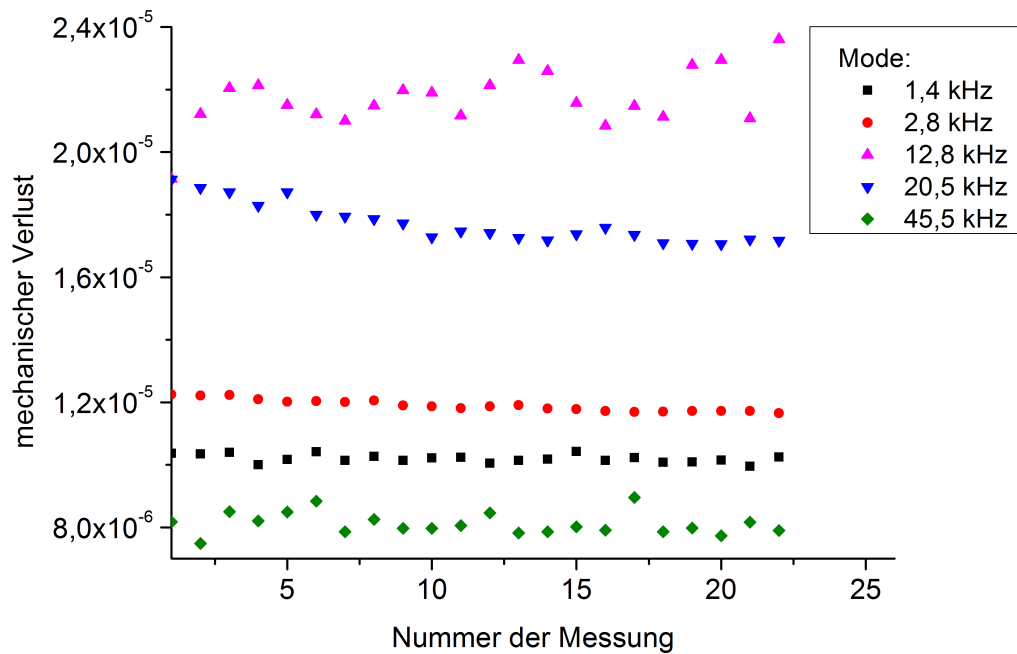
Nähere Ausführungen zu den auftretenden Effekten und den Verlustverläufen finden sich im gesamten Abschnitt 4.3.

## 4.5 Untersuchung der Streuung des mechanischen Verlustes

Um abzuschätzen, welcher Streuung die Verlustwerte der hier durchgeführten Messungen unterliegen, wurden jeweils 5 brauchbare Moden des Cantilevers 11 folgendermaßen untersucht: Bei 2 verschiedenen Temperaturen, 63 K und 142 K, wurde die Temperaturregelung konstant eingestellt und die Messung von Resonanzfrequenz und Abklingzeit mehrmals hintereinander ausgeführt. Dadurch erhält man schließlich eine Reihe statistisch analysierbarer Verlustwerte, welche in Abb. 21 und 22 dargestellt sind.



**Abbildung 21:** Gemessener Verlust des Cantilevers 11 für mehrere Messungen bei konstanter Temperatur  $T = 63$  K. Dargestellt sind 5 verschiedene Resonanzfrequenzen.



**Abbildung 22:** Gemessener Verlust des Cantilevers 11 für mehrere Messungen bei konstanter Temperatur  $T = 142$  K. Dargestellt sind 5 verschiedene Resonanzfrequenzen.

Für die Standardabweichungen  $S$  der Verlustmesswerte der jeweiligen Moden erhält man



dann die in Tab. 4 zusammengetragenen Werte.

**Tabelle 4:** Überblick über die Streuung des Verlustes der in Abb. 21 und 22 betrachteten Moden. Die eingetragenen Frequenzen sind die Resonanzfrequenzen besagter Moden.

	1, 4 kHz	2, 8 kHz	12, 8 kHz	20, 5 kHz	45, 5 kHz
$S$ für $T = 63$ K	2, 2%	4, 1%	6, 4%	5, 6%	2, 4%
$S$ für $T = 142$ K	1, 3%	1, 6%	4, 3%	3, 6%	4, 4%

Für die Temperatur von 63 K liegt die Streuung offensichtlich im Bereich von 2, 2% – 6, 4% und für 142 K im Bereich von 1, 3% – 4, 3%, was für verlässliche Messkurven spricht. Als höchster Wert für die Streuung kann folglich 6, 4% angenommen werden, auch repräsentativ für alle weiteren Cantilever und Moden.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der mechanische Verlust von mit amorphem Tantalpentoxid beschichteten Silizium-Cantilevern mithilfe von Abklingmessungen untersucht. Im weiteren Verlauf der Arbeit erfolgten Untersuchungen des Verlustes nach Ionenimplantation der eben genannten Cantilever.

Zunächst wurden aus den bei der Messung ermittelten Biegefrequenzen mithilfe theoretischer Betrachtungen effektive Cantilever-Dicken charakterisiert und bestimmt. Diese liegen im Bereich von  $116 - 158 \mu\text{m}$ .

Die anschließende Analyse eines charakteristischen Verlustverlaufes für eine Biegemode ergab, dass für hohe Temperaturen die thermoelastische Dämpfung dominiert und die Verluste hier somit temperaturabhängig sind. Im Tieftemperaturbereich ist der Verlust von einem Plateau geprägt, welches durch intrinsische Verluste der Tantalpentoxid-Schicht verursacht ist. Im Rahmen der Arbeit konnte ein kleinster intrinsischer Verlust von  $4,9 \cdot 10^{-4}$  gemessen werden, welcher somit kleiner als der minimal gemessene Wert von Kroker [7] ist. Weiterhin fielen im kryogenen Temperaturbereich bei einigen Cantilevern defektinduzierte Verlustpeaks auf, welche möglicherweise darauf schließen lassen, dass ein Teil des Tantalpentoxids auf den Cantilevern nicht in reiner amorpher, sondern auch in kristalliner Form vorhanden ist.

Es zeigte sich weiterhin, dass eine Ionenimplantation von Silber-Ionen in das Tantalpentoxid den mechanischen Verlust insofern beeinflusst, als dass ein deutlicher Verlustpeak um 50 K auftritt, was mit den Ergebnissen von Komma [6] und Schwarz [12] übereinstimmt. Nach thermischer Behandlung des implantierten Cantilevers über 12 Stunden bei  $300^\circ\text{C}$  und somit nach teilweiser Ausheilung der Strahlenschäden der Tantalpentoxid-Schicht verkleinerte sich zum einen der Verlustpeak. Zum anderen lag der komplette Verlustverlauf im Tieftemperaturbereich um durchschnittlich 34% niedriger als bei dem unbehandelten Cantilever. Qualitativ analoge Ergebnisse erhielt Schwarz [12], allerdings verschwand der Verlustpeak um 50 K dort komplett.

Gezieltes Einbringen von Ionen in die Tantalpentoxid-Schicht kann also den mechanischen Verlust beeinflussen, in diesem Fall minimieren. Weitere Untersuchungen diesbezüglich sind allerdings notwendig und würden umfassen: die Implantation anderer Ionen als die von Silber, die Variation der Annealing-Temperaturen und die Variation der Annealing-Zeiten.

## Literatur

- [1] EINSTEIN, A.: *Allgemeine Relativitätstheorie*. Annalen der Physik 7, 1916
- [2] SAULSON, P. R.: *Fundamentals of Interferometric Gravitational Wave Detectors*. World Scientific, 1994
- [3] MESCHÉDE, D.: *Gerthsen Physik*. Springer Verlag, 24. Auflage, 2010
- [4] SCHWARZ, C.: *Kryogene Gütemessung an optischen Substraten für Gravitationswellendetektoren*, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Diplomarbeit, 2007
- [5] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 1: Mechanik und Wärme*. Springer Verlag, 5. Auflage, 2008
- [6] KOMMA, J.: *Messung und Charakterisierung von optischen Schichten für die Präzisionsmesstechnik*, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Diplomarbeit, 2011
- [7] KROKER, S.: *Charakterisierung mechanischer Verluste dielektrischer Schichten bei kryogenen Temperaturen*, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Diplomarbeit, 2009
- [8] LANDAU, L.D. ; LIFSCHITZ, E.M.: *Lehrbuch der theoretischen Physik, Band 7, Elastizitätstheorie*. Akademie Verlag GmbH Berlin, 1991
- [9] BERRY, B.S. ; PRITCHET, W.C.: Vibrating reed internal friction apparatus for films and foils. In: *IBM J. Res. Dev.* (1975)
- [10] ZENER, C.: *Elasticity and Anelasticity of Metals*. The University of Chicago Press, 1948
- [11] BRAGINSKY, V. B.: *Systems with small Dissipation*. The University of Chicago Press, 1985
- [12] SCHWARZ, C.: *Mechanische Verlustmessungen an Materialien für die Präzisionsmesstechnik*, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Dissertation, 2012

## Abbildungsverzeichnis

1	Schematische Darstellung eines einseitig eingespannten Cantilevers [7]. . . . .	4
2	Veranschaulichung der Ursache der thermoelastischen Dämpfung. . . . .	6
3	Vereinfachte Darstellung der Cantilever-Geometrie. . . . .	9
4	Schematische Darstellung des Probenraumes im unteren Teil des Kryostaten [6]. . . . .	10
5	Schematische Darstellung des Klemmblocks zur Einspannung des Cantilevers [12]. . . . .	11
6	Veranschaulichung eines typischen Moden-Scans. . . . .	12
7	Gemessener mechanischer Verlust eines mit Tantalpentoxid beschichteten Silizium-Cantilevers (Cantilever 4) bei einer Resonanzfrequenz von 18,5 kHz. . . . .	15
8	Gemessener mechanischer Verlust aus Abb. 7 sowie der nach Gl. (16) berechnete thermoelastische Verlust. . . . .	16
9	Gemessener mechanischer Verlust für 3 direkt beieinander liegende Moden des Cantilever 2. . . . .	17
10	Ausschnitt aus Abb. 9. . . . .	18
11	Gemessener mechanischer Verlust für 2 bezüglich der Ordnung weit auseinander liegende Moden des Cantilever 4. . . . .	19
12	Ausschnitt aus Abb. 11. . . . .	20
13	Gemessener mechanischer Verlust nach Silberionenimplantation. . . . .	22
14	Darstellung der Temperatureinstellungen am Rohrofen. . . . .	23
15	Gemessener mechanischer Verlust eines tantalpentoxid-beschichteten Silizium-Cantilevers nach Ionenimplantation und anschließendem Annealing. . . . .	23
16	Verlustpeaks um 50 K für verschiedene Moden des ionenimplantierten Cantilevers. . . . .	24
17	Arrheniusplot zu den in Abb. 16 gezeigten Peaks zur Bestimmung der thermischen Aktivierungsenergie. . . . .	25
18	Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 4 für die 18,5 kHz-Mode. . . . .	26
19	Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 11 nach Ionenimplantation für die 20,5 kHz-Mode. . . . .	27
20	Intrinsischer Verlust der Tantalpentoxid-Schicht auf Cantilever 11 nach Ionenimplantation und anschließendem Annealing für die 1,4 kHz-Mode. . . . .	28
21	Gemessener Verlust des Cantilevers 11 für mehrere Messungen bei konstanter Temperatur $T=63$ K. . . . .	29
22	Gemessener Verlust des Cantilevers 11 für mehrere Messungen bei konstanter Temperatur $T=142$ K. . . . .	29

## Tabellenverzeichnis

1	Effektive Cantilever-Dicke für 3 verschiedene Biegemoden desselben Cantilevers. . . . .	13
2	Übersicht über die aus den Biegefrequenzen bestimmten effektiven Cantilever-Dicken für alle untersuchten Cantilever. . . . .	14

---

3	Überblick über Minimal- und Maximalwerte des Verlustes an charakteristischen Temperaturstellen für alle vermessenen Cantilever. . . . .	20
4	Überblick über die Streuung des Verlustes der in Abb. 21 und 22 betrachteten Moden . . . . .	30

## Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der genannten Quellen angefertigt habe.

Jena, 26. September 2012

Bastian Walter

## Bibliothekserklärung

Seitens des Verfassers bestehen keine Einwände, die vorliegende Bachelorarbeit für die öffentliche Nutzung in der Thüringer Universitäts- und Landesbibliothek zur Verfügung zu stellen.

Jena, 26. September 2012

Bastian Walter